



# Fluage isotherme et anisotherme dans les domaines monophasés ( $\alpha$ et $\beta$ ) et biphasé ( $\alpha + \beta$ ) d'un alliage Zr-1%NbO

Djillali Kaddour

## ► To cite this version:

Djillali Kaddour. Fluage isotherme et anisotherme dans les domaines monophasés ( $\alpha$  et  $\beta$ ) et biphasé ( $\alpha + \beta$ ) d'un alliage Zr-1%NbO. Mécanique [physics.med-ph]. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2004. Français. NNT: . tel-00162151

**HAL Id: tel-00162151**

**<https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-00162151>**

Submitted on 12 Jul 2007

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Collège doctoral

N° attribué par la bibliothèque

□□□□□□□□□□

## THESE

pour obtenir le grade de  
**Docteur de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris**  
Spécialité "Sciences et Génie des Matériaux"

présentée et soutenue publiquement par

**Djillali KADDOUR**

Le 13 décembre 2004

**Fluage isotherme et anisotherme dans les domaines monophasés ( $\alpha$  et  $\beta$ ) et  
biphasés ( $\alpha + \beta$ ) d'un alliage Zr-1 %NbO**

*Directeurs de thèse : André PINEAU et Anne-Françoise GOURGUES - LORENZON*

M. Clément LEMAIGNAN, INPG  
Mme Elisabeth GAUTIER, Ecole des Mines de Nancy  
M. Michel SUERY, INPG  
M. Jean-Christophe BRACHET, CEA  
Mme Anne-Françoise GOURGUES-LORENZON, ENSMP  
M. André PINEAU, ENSMP  
M. Alain HAZOTTE, Université de Metz  
Mme Laurence PORTIER, CEA  
M. Jean-Marc CLOUE, FRAMATOME

Président  
Rapporteur  
Rapporteur  
Examinateur  
Examinateur  
Examinateur  
Membre invité  
Membre invité  
Membre invité

**Centre des Matériaux P.M. Fourt de l'Ecole des Mines de Paris,  
B.P. 87, 91003 Evry Cedex**

---

## Résumé

Le couplage entre transformation de phase et comportement mécanique d'un alliage Zr-1 %NbO a été étudié à l'aide d'un dispositif expérimental original utilisé précédemment lors de l'étude consacrée à l'alliage Zy-4. Cette étude avait été menée par Stéphane Frechinet. L'alliage Zr-1 %NbO présente une transformation de phase  $\alpha$  (hc)  $\leftrightarrow$   $\beta$  (cc) typiquement entre 750 et 1000 °C.

Les températures de transformation ont été mesurées in situ par la technique de résistivité et de dilatométrie.

Le comportement en fluage isotherme des gaines a été étudié, tout d'abord au chauffage, en phase  $\alpha$  entre 650 et 760 °C, en phase  $\beta$  entre 960 et 1100 °C, ainsi que dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ) entre 800 et 900 °C. Les résultats obtenus sont rassemblés sous la forme d'une carte de déformation du type Ashby qui présente les variations de la vitesse de déformation avec la contrainte appliquée et la température. On confirme ainsi que la phase  $\beta$  flue beaucoup plus vite que la phase  $\alpha$ .

L'effet de la microstructure après passage complet ou partiel par la phase  $\beta$ , sur le comportement en fluage isotherme du matériau en phase  $\alpha$ , et au refroidissement en biphasé ( $\alpha + \beta$ ) ensuite a été étudié.

Le comportement en conditions anisothermes a enfin été étudié au chauffage et au refroidissement à 10 et 200 °C/min. Dans les deux cas, nous avons montré qu'il n'y a pas de plasticité de transformation pour le domaine des contraintes explorées ( $\leq 5$  MPa).

Un modèle éléments finis utilisant les polyèdres de Voronoï et un maillage aux joints de grains a été élaboré pour décrire le comportement du matériau dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ) au chauffage et au refroidissement. Le modèle est en bon accord avec l'expérience au refroidissement et sous-estime les déformations de fluage au chauffage. Cette différence est vraisemblablement liée au fait que, dans le modèle, le glissement aux interfaces n'est pas pris en compte.

## Summary

The coupling between phase transformation and mechanical behaviour of a Zr-1 %NbO alloy was studied using an original experimental device already used in a previous study devoted to the Zy-4 alloy. The Zr-1 %NbO alloy undergoes a phase transformation  $\alpha$  (hc)  $\leftrightarrow$   $\beta$  (cc) typically between 750 and 1000 °C.

The  $\alpha \leftrightarrow \beta$  transformation temperatures were measured in situ by using the resistivity and dilatometry techniques.

The isothermal creep behaviour of fuel cladding tubes was studied, first after heating, in the  $\alpha$  phase domain between 650 and 760 °C, in the  $\beta$  phase domain between 960 and 1100 °C, as well as in the ( $\alpha + \beta$ ) two phase domain between 800 and 900 °C. The results are summarized in Ashby deformation-mechanism maps. It is confirmed that the  $\beta$  phase is much more sensitive to creep flow than the  $\alpha$  phase.

The effect of microstructure on the isothermal creep flow behaviour was then investigated by first applying a thermal cycle involving either a full or a partial transformation from  $\alpha$  to  $\beta$ . It was investigated both in the  $\alpha$  phase domain, and after direct cooling into the ( $\alpha + \beta$ ) phase domain.

The behaviour in anisothermal conditions was finally studied at heating and cooling rates of 10 and 200 °C/min. In both cases, we showed that there is no significant transformation plasticity in the stress range under investigation ( $\leq 5$  MPa).

A finite element model using Voronoï polyhedra and eventually meshing a film of intergranular  $\beta$  phase was used to describe the behaviour of material in the ( $\alpha + \beta$ ) domain in various microstructural states. The model predictions are in good agreement with the experimental results for the microstructure obtained after cooling, but the model underestimates creep deformation in the as-received state. This difference is probably related to the fact that interface sliding is not taken into account in the model.

# SOMMAIRE

## CHAPITRE I. INTRODUCTION ET MATERIAU D'ETUDE

I.1	Introduction	1
I.2	Contexte historique	3
I.3	Matériau d'étude	5

## CHAPITRE II. TECHNIQUES EXPERIMENTALES

II.1	Machine d'essais	7
II.2	Observations métallographiques	11
II.3	Dissolution anodique sélective	11
II.4	Répliques extractives	12
II.5	Suivi expérimental de la transformation de phase du Zr-1%NbO	12

## CHAPITRE III. TRANSFORMATIONS DE PHASE $\alpha \leftrightarrow \beta$ DANS LA GAINE DE COMBUSTIBLE EN Zr-1%NbO

III.1	Introduction	16
III.2	Les transformations de phase dans les alliages de zirconium : état de l'art	17
III.2.1	Généralités	17
III.2.2	Cas des alliages zirconium-niobium	19
III.3	Changements de phase dans le Zr-1%NbO	25
III.3.1	Expériences et résultats	25
III.3.1.1	Essais de résistivité	25
III.3.1.2	Essais de calorimétrie	28
III.3.1.3	Analyse d'images	30
III.3.1.4	Comparaison des résultats	32
III.3.1.5	Essais de dilatométrie	32
III.3.2	Conclusions	33



## CHAPITRE IV. COMPORTEMENT EN FLUAGE ISOTHERME

<b>IV.1 Comportement mécanique des alliages Zr-Nb : étude bibliographique</b>	<b>34</b>
<b>IV.2 Mise en œuvre des essais de fluage</b>	<b>42</b>
<b>IV.2.1 Description et conduite des essais</b>	<b>42</b>
<b>IV.2.2 Dépouillement des résultats</b>	<b>44</b>
<b>IV.3 Comportement en fluage isotherme au chauffage</b>	<b>44</b>
<b>IV.3.1 Comportement en fluage en phase <math>\alpha</math> au chauffage</b>	<b>44</b>
<b>IV.3.1.1 Résultats expérimentaux</b>	<b>44</b>
<b>IV.3.1.2 Analyse micrographique</b>	<b>47</b>
<b>IV.3.2 Comportement en fluage en phase <math>\beta</math> au chauffage</b>	<b>48</b>
<b>IV.3.2.1 Résultats expérimentaux</b>	<b>48</b>
<b>IV.3.2.2 Analyse micrographique</b>	<b>50</b>
<b>IV.3.3 Comportement en fluage dans le domaine biphasé (<math>\alpha + \beta</math>) au chauffage</b>	<b>51</b>
<b>IV.3.3.1 Résultats expérimentaux</b>	<b>51</b>
<b>IV.3.3.2 Analyse micrographique</b>	<b>54</b>
<b>IV.3.4 Carte de déformation</b>	<b>61</b>
<b>IV.4 Comportement mécanique en fluage <math>\alpha</math> après traitement thermique en phase <math>\beta</math> ou (<math>\alpha + \beta</math>)</b>	<b>62</b>
<b>IV.4.1 Description des essais</b>	<b>62</b>
<b>IV.4.2 Résultats et interprétations</b>	<b>63</b>
<b>IV.4.2.1 Traitement thermique à 1050 °C (100 %<math>\beta</math>)</b>	<b>63</b>
IV.4.2.1.1 Fluage à 650 °C	64
IV.4.2.1.2 Fluage à 700 °C et 760 °C	65
<b>IV.4.2.2 Traitement thermique à 50 %<math>\beta</math></b>	<b>69</b>
IV.4.2.2.1 Fluage à 650 °C	71
IV.4.2.2.2 Fluage à 700 °C et 760 °C	72
<b>IV.4.3 Détermination de la température limite de traitement en phase <math>\beta</math> à partir de laquelle le matériau flue moins vite après retour en phase <math>\alpha</math></b>	<b>75</b>
<b>IV.4.3.1 Influence du temps de maintien à 50 %<math>\beta</math> sur le comportement en fluage du matériau à 700 °C (phase <math>\alpha</math>)</b>	<b>75</b>
<b>IV.4.3.2 Influence du taux de phase <math>\beta</math> sur le comportement en fluage <math>\alpha</math> du matériau</b>	<b>76</b>
<b>IV.5 Comportement en fluage biphasé (<math>\alpha + \beta</math>) isotherme après refroidissement</b>	<b>79</b>
<b>IV.5.1 Courbes de fluage</b>	<b>79</b>
<b>IV.5.2 Analyse micrographique</b>	<b>80</b>

## **CHAPITRE V. COMPORTEMENT EN FLUAGE ANISOTHERME ET PLASTICITE DE TRANSFORMATION**

<b>V.1</b>	<b>Introduction</b>	<b>85</b>
<b>V.2</b>	<b>Mise en œuvre des essais de rampe sous charge</b>	<b>85</b>
<b>V.2.1</b>	<b>Description et conduite des essais</b>	<b>85</b>
<b>V.2.2</b>	<b>Résultats du comportement dilatométrique de l'alliage</b>	<b>86</b>
<b>V.2.2.1</b>	<b>Comportement dilatométrique à charge nulle</b>	<b>86</b>
<b>V.2.2.2</b>	<b>Comportement dilatométrique sous charge</b>	<b>87</b>
<b>V.2.3</b>	<b>Cinétiques de transformation de phase sous charge</b>	<b>89</b>
<b>V.2.3.1</b>	<b>Effet de la charge appliquée sur les cinétiques de transformation</b>	<b>89</b>
<b>V.2.3.2</b>	<b>Effet de la vitesse de chauffage sur les cinétiques de transformation</b>	<b>91</b>
<b>V.3</b>	<b>Plasticité de transformation</b>	<b>93</b>
<b>V.3.1</b>	<b>Rappels sur la plasticité de transformation</b>	<b>93</b>
<b>V.3.2</b>	<b>Résultats et interprétation</b>	<b>94</b>

## **CHAPITRE VI. MODELISATION DU COMPORTEMENT MECANIQUE EN FLUAGE DANS LE DOMAINE BIPHASE**

<b>VI.1</b>	<b>Introduction</b>	<b>98</b>
<b>VI.2</b>	<b>Calcul Voronoï 2D et 3D</b>	<b>98</b>
<b>VI.2.1</b>	<b>Techniques de génération de microstructures par les cellules de Voronoï</b>	<b>98</b>
<b>VI.2.2</b>	<b>Maillage de microstructures 2D et 3D</b>	<b>101</b>
<b>VI.2.3</b>	<b>Résultats et interprétations</b>	<b>102</b>
<b>VI.2.3.1</b>	<b>Calcul Voronoï 2D au chauffage</b>	<b>102</b>
<b>VI.2.3.1.1</b>	<b>Etude de l'influence du nombre d'éléments (densité de maillage)</b>	<b>103</b>
<b>VI.2.3.1.2</b>	<b>Calcul sur un élément de volume</b>	<b>103</b>
<b>VI.2.3.1.3</b>	<b>Effet des réalisations Voronoï : étude de robustesse</b>	<b>104</b>
<b>VI.2.3.1.4</b>	<b>Calcul sur l'ensemble de la microstructure</b>	<b>105</b>
<b>VI.2.3.1.5</b>	<b>Calcul des bornes de Reuss et Voigt</b>	<b>109</b>
<b>VI.2.3.2</b>	<b>Calcul Voronoï 3D au chauffage</b>	<b>110</b>
<b>VI.2.3.2.1</b>	<b>Influence du nombre d'éléments</b>	<b>110</b>
<b>VI.2.3.2.2</b>	<b>Résultats du calcul 3D Voronoï</b>	<b>111</b>
<b>VI.2.3.3</b>	<b>Calcul Voronoï 2D au refroidissement</b>	<b>115</b>
<b>VI.2.3.3.1</b>	<b>Calcul sur un élément de volume</b>	<b>116</b>
<b>VI.2.3.3.2</b>	<b>Calcul sur l'ensemble de la microstructure biphasée (<math>\alpha + \beta</math>)</b>	<b>116</b>
<b>VI.3</b>	<b>Modélisation du comportement en fluage biphasé en introduisant un maillage aux joints de grains</b>	<b>120</b>

<b>Conclusion</b>	<b>125</b>
<b>Références bibliographiques</b>	<b>128</b>
<b>Annexe 1. Incertitude sur les mesures expérimentales</b>	<b>133</b>
<b>Annexe 2. Effet de la texture sur le comportement en fluage <math>\alpha</math> du matériau</b>	<b>135</b>
<b>Annexe 3. Comparaison entre le Zr-1%NbO et le Zy-4</b>	<b>142</b>

## **CHAPITRE I**

### **INTRODUCTION ET MATERIAU D'ETUDE**

## I.1 Introduction

Le zirconium fit son apparition dans l'industrie nucléaire en 1947 pour la construction du premier sous-marin nucléaire américain. A partir de cette date, et grâce à sa grande transparence aux neutrons, ses bonnes propriétés mécaniques et son excellente tenue à la corrosion, dans l'eau et sa vapeur, les applications du zirconium et de ses alliages se sont généralisées dans l'industrie nucléaire.

Les principaux alliages développés et utilisés dans les réacteurs nucléaires peuvent être classés selon deux familles :

- les alliages de type Zircaloy (Zy-2 et Zy-4) contenant principalement de l'étain (environ 1.5 %) avec de faibles additions de fer, chrome et/ou nickel ;
- les alliages de type Zr-Nb contenant 1 à 2.5 %Nb, avec éventuellement des additions d'étain et de fer.

En France, les alliages base Zr sont principalement développés et étudiés à cause de leur application pour la fabrication des assemblages combustibles des Réacteurs à Eau Pressurisée (R.E.P).

Le sujet de cette thèse s'inscrit dans la démarche d'une meilleure évaluation de la sécurité (simulation de certains scénarios accidentels hypothétiques) et d'une meilleure compréhension des effets d'élaboration à haute température (laminage à chaud, filage à chaud) des alliages Zr-1%NbO. On s'intéresse essentiellement à l'étude du comportement mécanique à haute température de la gaine de combustible en Zr-1%NbO dans un R.E.P (figure I.1).

Il est particulièrement important de connaître le comportement mécanique à haute température de ces alliages. Peu de données existent dans la littérature. En effet, le comportement du matériau de gainage (Zr-1%NbO) dépend fortement de la température. L'alliage présente une transformation de phase  $\alpha$  (hexagonale compacte)  $\rightarrow$   $\beta$  (cubique centrée) à haute température (typiquement entre 750 °C et 1000 °C). Il importe ainsi de connaître les propriétés mécaniques de l'alliage non seulement dans les deux domaines monophasés ( $\alpha$  et  $\beta$ ), mais également dans le domaine de température où l'alliage est biphasé. Par ailleurs comme la microstructure de la phase  $\alpha$  dépend beaucoup de celle de la phase  $\beta$  dont elle issue, il est également nécessaire d'étudier l'influence d'un traitement en phase  $\beta$  sur le comportement de la phase  $\alpha$  après trempe. On s'intéressera ici également à l'incidence d'une modification métallurgique induite par la seule température, c'est-à-dire par les transformations de phase  $\alpha \rightarrow \beta$  lors des cycles thermiques, hors irradiation et hors effet d'oxydation (sous vide secondaire).

Aussi l'objectif de cette thèse est-il d'étudier le comportement mécanique à haute température de cet alliage et l'effet de la microstructure induite par les changements de phase sur ce comportement, en particulier en fluage à courte durée et sous relativement faibles contraintes (< 100 MPa).

Ce mémoire est présenté sous forme de 6 chapitres.

Le premier chapitre comporte une brève introduction sur les alliages de zirconium, et une caractérisation de base du matériau d'étude.

Le deuxième chapitre est consacré aux différentes techniques expérimentales utilisées tout au long de cette étude et, en particulier, à la machine d'essais mécaniques très particulière qui a été mise au point pour les besoins de cette étude. Compte tenu des moyens expérimentaux développés, le comportement mécanique des gaines n'est étudié qu'à travers leur fluage sous traction axiale.

Le troisième chapitre est une présentation de l'état de l'art sur les transformations de phase dans les alliages de Zirconium et de la validation du suivi de transformation par la technique de résistivité. Cette technique est utilisée tout au long de cette étude pour suivre « in situ » les transformations du matériau lors des essais mécaniques.

Le quatrième chapitre est consacré au comportement mécanique en fluage isotherme du matériau. La première partie de ce chapitre concerne l'étude du comportement du matériau en fluage dans le domaine monophasé  $\alpha$ , monophasé  $\beta$  et biphasé ( $\alpha + \beta$ ). Cette partie conduit à l'établissement d'une carte de déformation du matériau. Dans la deuxième partie de ce chapitre, on fait varier la microstructure grâce à la trempabilité de cet alliage (ce qu'on ne peut pas faire avec le Zy-4) :

- nous étudions l'effet d'un cycle thermique complet (dans le domaine  $\beta$  ou dans le domaine biphasé  $\Rightarrow$  microstructure de trempe +  $\alpha$  équiaxe) sur le comportement mécanique en fluage  $\alpha$  du matériau ;
- nous étudions également l'effet d'un cycle thermique interrompu au refroidissement dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ) (structure de trempe plus au moins grossière selon la température d'essai).

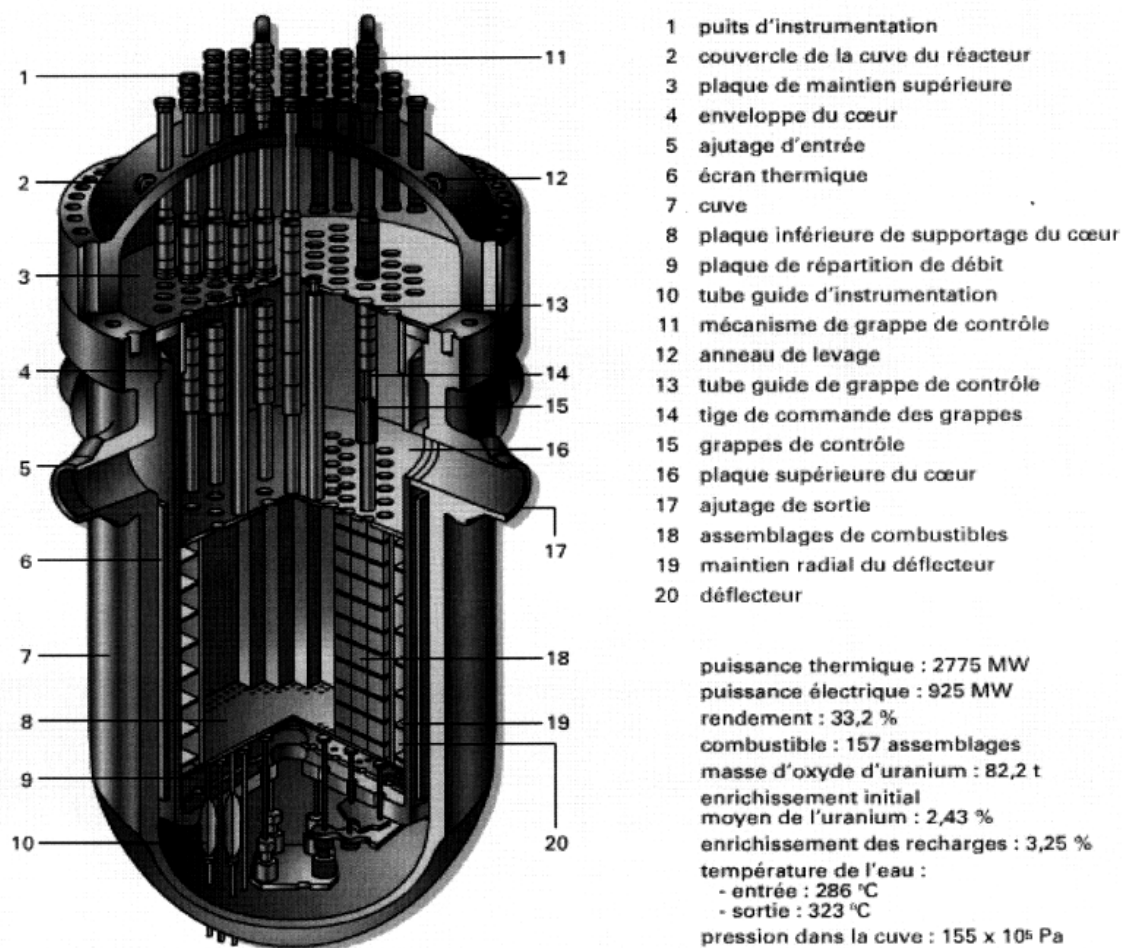
Ces investigations nous ont permis d'identifier des lois de comportement en fluage du matériau en fonction de sa microstructure.

Le cinquième chapitre porte sur l'étude du comportement mécanique du matériau en fluage anisotherme, c'est-à-dire lors d'une variation de la température. Ces essais nous ont permis d'explorer le couplage entre chargement appliqué et transformation de phase, notamment :

- l'effet d'une contrainte sur la cinétique de transformation de phase ;
- l'effet de la transformation de phase sur le comportement sous charge (plasticité de transformation).

Ce chapitre nous a permis de conclure à l'absence de couplage macroscopique entre cinétique de transformation et chargement mécanique et à l'absence de plasticité de transformation pour les niveaux de charge utilisés.

Le dernier chapitre est consacré au développement d'un modèle de calcul par éléments finis pour décrire les effets géométriques de la microstructure sur le comportement du matériau en fluage dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ). Les résultats de ce modèle sont comparés aux résultats expérimentaux.



**Figure I.1.** Cuve d'un Réacteur nucléaire à Eau sous Pression (R.E.P) [BUS04]

## I.2 Contexte historique

Découvert en 1789 par le chimiste prussien Martin Heinrich Klaproth, le zirconium a été isolé trente-cinq ans plus tard par le Suédois Jöns Jacob Berzelius. Le métal alors obtenu était très impur et fragile. Ce n'est qu'en 1924 que A. E. Van Arkel et J. H. de Boer ont mis au point un procédé basé sur l'instabilité à haute température de l'iodure de zirconium et permettant d'obtenir un métal très pur. Dès lors, ses principales caractéristiques ont pu être mesurées et montrèrent que ce métal était ductile et résistant à la corrosion [TRI94, DEC89].

En 1946, les Etats-Unis décident de réaliser le réacteur de propulsion de leur premier sous-marin nucléaire. Le zirconium non allié est choisi en décembre 1947 de préférence à l'acier inoxydable. En effet, ce dernier conduit à un bilan neutronique défavorable et, de plus, est perméable au tritium. C'est également à cette époque que l'on s'est aperçu que le zirconium avait une faible section de capture des neutrons à condition que sa teneur en hafnium soit faible ( $\leq 50$  ppm) [TRI94, DEC89].

Les procédés d'extraction de zirconium pur (sans hafnium et avec une teneur en oxygène contrôlée) se développent et, parallèlement, diverses études sont menées pour améliorer les propriétés de tenue mécanique et de corrosion par l'ajout d'éléments d'alliage. L'étain

apparaît très vite comme un élément bénéfique. Mais c'est suite à une pollution accidentelle d'un lingot de zirconium par de l'acier inoxydable que l'on découvre l'intérêt de l'apport du fer, du chrome et du nickel. Ainsi naissent les diverses générations d'alliages à base zirconium dits zircaloy 1, 2, et 4 et Zr-Nb [ARM77].

Aujourd'hui, les alliages de zirconium sont les seuls utilisés comme gainage de combustible dans l'industrie nucléaire. En France, le Zircaloy 4 (Sn, Fe, Cr, O) et le Zr-1%Nb équipent les réacteurs à eau sous pression. La filière canadienne CANDU (Canadian Deuterium Uranium) travaille avec l'alliage Zr-2.5%Nb et les réacteurs russes (à eau bouillante et utilisant le graphite comme modérateur) utilisent l'alliage Zr-1%Nb [LEM94, LEL98].

Le tableau I.1 résume les propriétés physiques et thermiques du zirconium [TRI94, DEC89].

Nombre atomique	40
Masse atomique	91.22
Changement de phase $\alpha \rightarrow \beta$	865 °C
Point de fusion	1850 °C
Point d'ébullition	3577 °C
Masse volumique	6.53 g/cm <sup>3</sup>
Coefficient de dilatation	5.8 . 10 <sup>-6</sup> °C <sup>-1</sup>
Conductivité thermique	21.1 W . m <sup>-1</sup> . °C <sup>-1</sup>
Résistivité électrique	40 μΩ . cm
Section de capture	0,185 barn
Module d'élasticité	98000 MPa (25 °C)
Charge à rupture	200 MPa (25 °C)
Limite d'élasticité	100 MPa (25 °C)
Chaleur spécifique	276 J . kg <sup>-1</sup> . °C <sup>-1</sup>

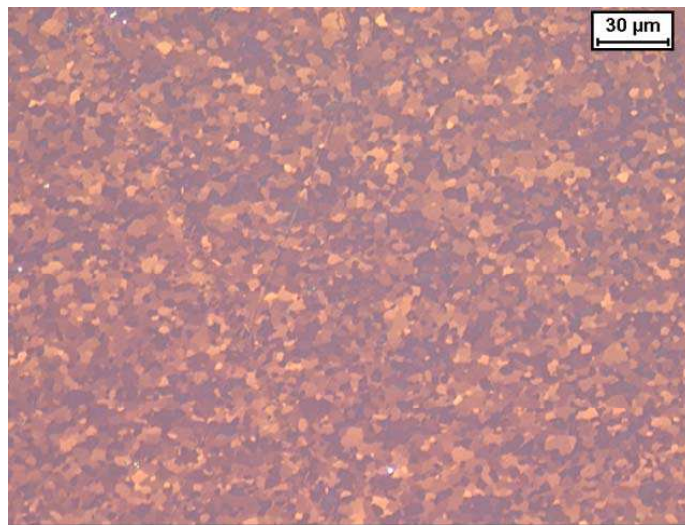


### I.3 Matériau de l'étude

Le matériau utilisé dans cette étude se présente sous forme de gaines d'un diamètre extérieur de 9.50 mm, un diamètre intérieur de 8.36 mm, et une épaisseur de 0.57 mm. Sa dureté Vickers sous 5 kg est de 180. Sa composition chimique en éléments principaux (en % massique) est typiquement la suivante :

O	Nb	Fe
0.14	1	0.03

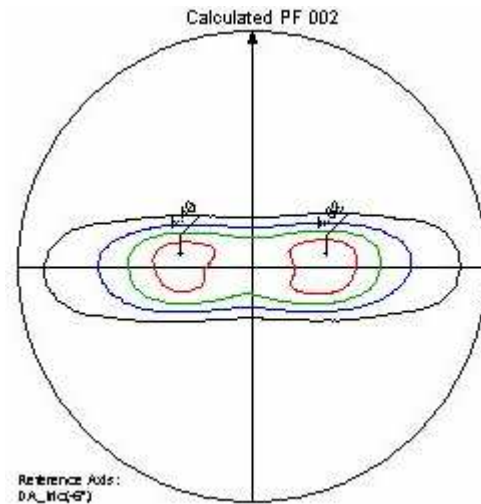
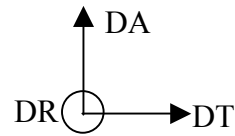
La figure I.2 montre la microstructure du matériau à l'état initial. Il se présente sous forme de grains équiaxes de l'ordre de 5  $\mu\text{m}$  avec un peu de précipités  $\beta_{\text{Nb}}$  et quelques intermétalliques du type  $\text{Zr}(\text{Nb}, \text{Fe})_2$  (non visibles sur la micrographie).



**Figure I.2.** Microstructure du matériau étudié à l'état initial (attaque 3, voir chapitre II).

La figure I.3 présente la texture initiale du matériau. L'analyse de la texture a été réalisée au CEA en utilisant la technique de diffraction des rayons X. La texture de cette gaine est celle d'un tube laminé et recristallisé, avec majoritairement les axes  $\langle c \rangle$  à  $35^\circ$  de part et d'autre de la direction radiale DR dans le plan (DR-DT) et les directions  $[11.0]$  à environ  $10^\circ$  de la direction axiale DA.

DA : direction axiale  
 DR : direction radiale  
 DT : direction tangentielle



**Figure I.3.** Texture initiale du matériau.

**Conclusion :** la microstructure initiale du matériau étudié est une microstructure recristallisée, équiaxe, avec quelques fractions pour-cent de phase  $\beta_{Nb}$  et intermétalliques  $Zr(Nb, Fe_2)$ . Lorsqu'on parlera de fluage "dans le domaine alpha", il s'agira donc d'un simple raccourci d'expression, l'alliage contenant toujours un peu de phase bêta et d'intermétalliques.

## **CHAPITRE II**

### **TECHNIQUES EXPERIMENTALES**

Au cours de cette étude, des techniques expérimentales nombreuses et variées ont été utilisées. Ce chapitre permet d'en détailler les caractéristiques et le principe d'analyse des résultats. Les principales techniques expérimentales, allant des essais mécaniques jusqu'à la validation du suivi de la transformation de phase, in situ, par résistivité, en passant par les analyses métallographiques « 2D » et « 3D » seront décrites dans ce chapitre.

## II.1 Machine d'essais

Les schémas des différentes parties qui constituent l'ensemble de la machine d'essais sont illustrés sur les figures II.1 à II.3 [FRE01].

Il s'agit d'une machine à vérin électromécanique que l'on peut notamment piloter à effort axial imposé. Le chauffage est assuré par un four à radiations d'une puissance maximale de 6kW. Le four à radiations et l'éprouvette sont placés dans une enceinte sous vide, dans laquelle un système de pompage (pompe à palettes et pompe turbomoléculaire) permet d'obtenir un vide allant de  $10^{-3}$  à  $10^{-4}$  Pa. Au cours d'un essai, les mesures suivantes sont assurées :

- le pilotage thermique est assuré par un thermocouple de consigne platine/platine rhodié, soudé par point au milieu de l'éprouvette. La lecture, la programmation et la régulation des rampes thermiques sont assurées par un eurotherm série 900 ;
- comme illustré sur la figure II-3, le suivi de résistivité est assuré par un système 4 fils, comportant deux amenées de courant continu (1A) et deux fils de prise de potentiel en platine. Ces derniers sont soudés par point directement sur l'éprouvette. La distance entre les prises de potentiel est d'environ 20 mm. L'intensité est limitée à 1A pour éviter de perturber la mesure de la température. La différence de potentiel initiale est de 200 mV. Au cours d'un essai, on mesure en continu la différence de potentiel entre les deux prises en platine ;
- l'allongement axial de l'éprouvette est mesuré par un extensomètre laser grâce à deux drapeaux d'alumine collés sur l'éprouvette d'essai et maintenus par deux fils en platine. La distance initiale entre les deux drapeaux représente la base de mesure du laser (de l'ordre de 25 à 30 mm). Trois échelles peuvent être utilisées pour suivre la déformation de l'éprouvette :
  - échelle 1 : 10 mV = 0.1  $\mu$ m
  - échelle 2 : 10 mV = 1  $\mu$ m
  - échelle 3 : 10 mV = 10  $\mu$ m

Seules les échelles 2 et 3 ont été utilisées lors de nos essais. Au cours d'un essai, on mesure en continu l'allongement de l'éprouvette. A signaler que pour des déformations supérieures à 10 %, on a une influence des drapeaux, ce qui conduit à une légère sous évaluation de la déformation ;

- la charge est mesurée à l'aide d'une cellule de 200 daN située à l'intérieur de l'enceinte. Cette cellule est différente de celle utilisée par Stéphane Fréchet [FRE01].

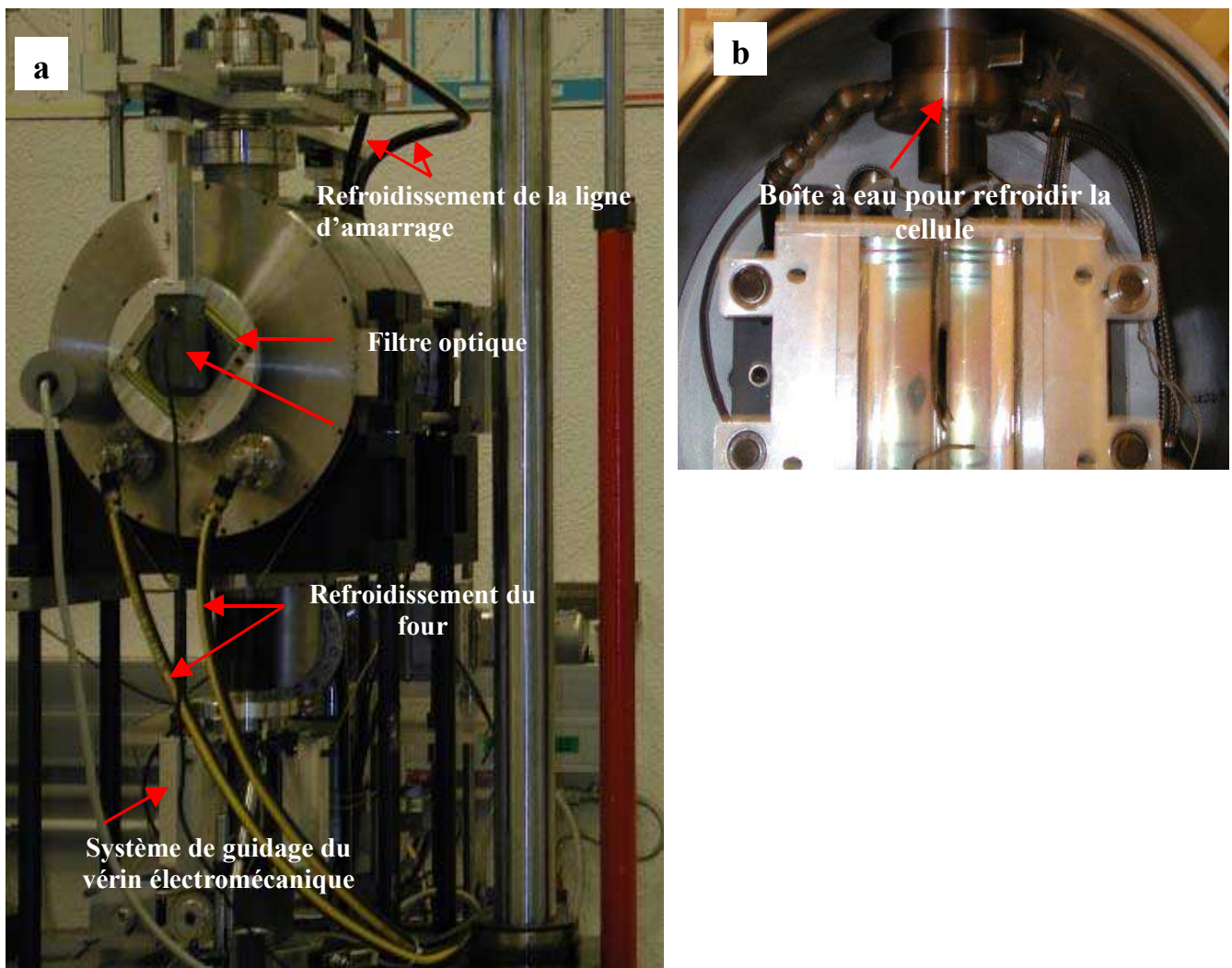
Dès l'installation de cette nouvelle cellule, nous avons constaté qu'elle dérivait et ce, parce qu'elle chauffait (sa température pouvait atteindre 150 °C). Pour remédier à ce problème, nous avons été amenés à réaliser et installer une boîte à eau pour assurer le refroidissement

de la cellule. Cette modification nous a permis de résoudre ce problème de dérive thermique.

D'autres modifications ont été apportées :

- mise en place d'un filtre optique nous permettant de maintenir la qualité du signal laser à haute température ;
- réalisation et mise en place d'un système de guidage pour le vérin pour bien aligner l'ensemble éprouvette-vérin ;
- mise en place de deux systèmes de refroidissement séparés de la cellule et du four pour éviter toute charge parasite sur la cellule.

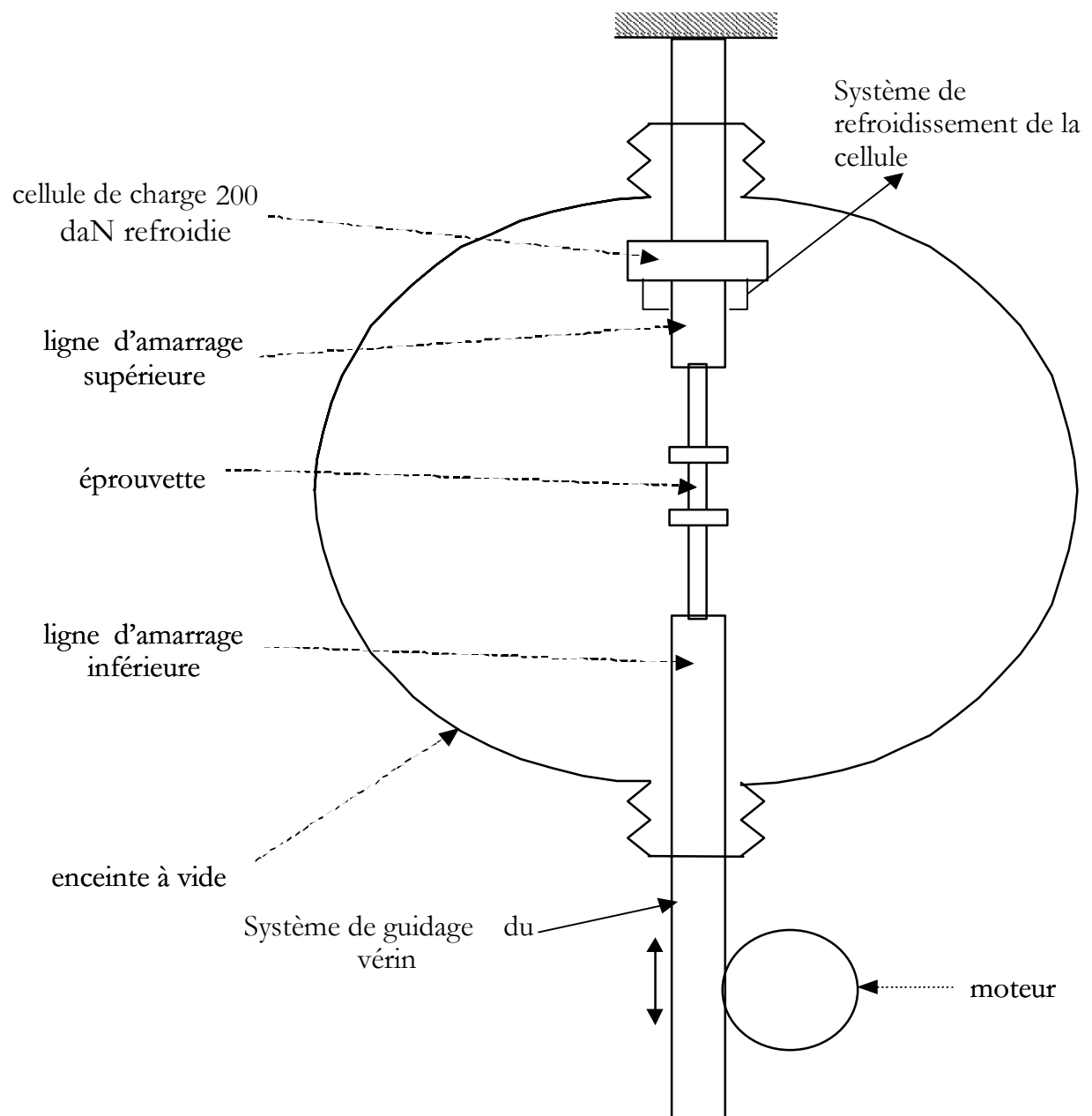
Lors des essais de dilatométrie et de résistivité sans ou sous charge ainsi que des essais de fluage, quatre vitesses de chauffage (refroidissement) ont été utilisées : 10 °C/min, 50 °C/min, 200 °C/min, et 300 °C/min (vitesse maximale accessible sur la machine). La validation de ces choix sera indiquée par la suite lors de la description de chaque campagne d'essais.



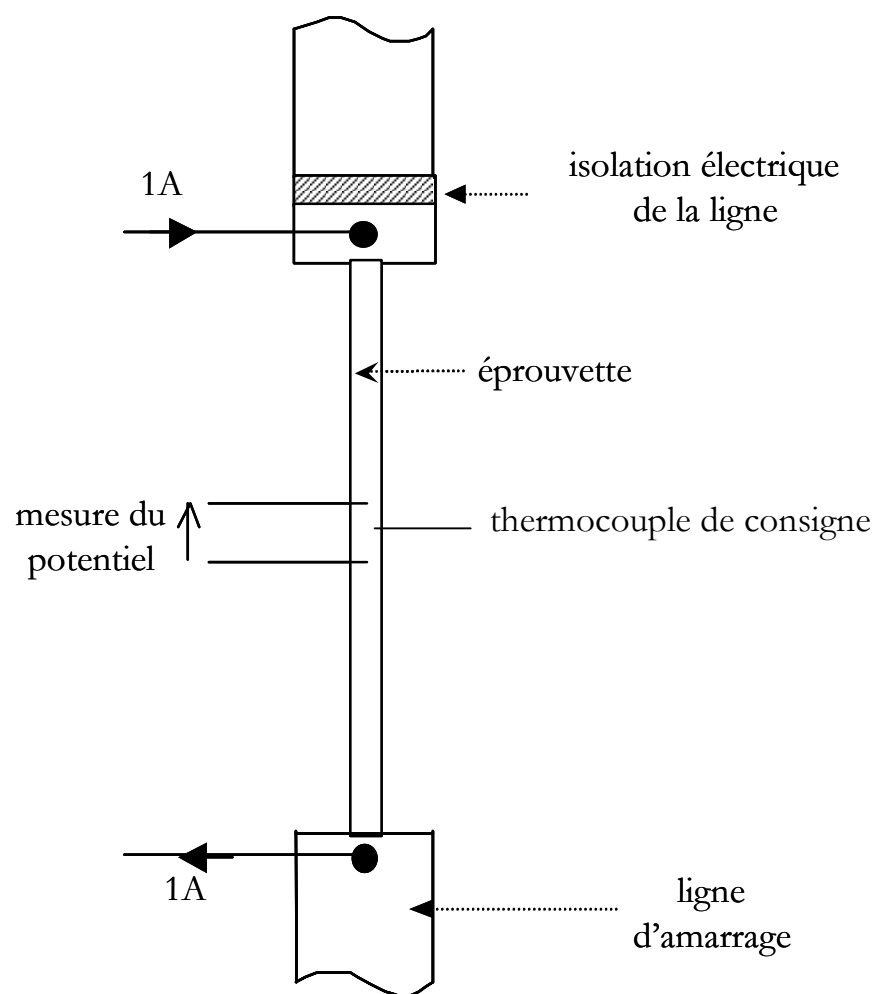
**Figure II.1.** Machine d'essais

a) vue d'ensemble de la machine d'essais

b) mise en évidence de la boîte à eau et de la cellule de charge



**Figure II.2.** Ligne de traction et enceinte à vide



**Figure II.3.** Suivi électrique

## II.2 Observations métallographiques

### • Attaques chimiques

Lors des observations métallographiques des échantillons traités après ou sans fluage, trois attaques chimiques à base d'acide fluorhydrique ont été utilisées :

– Glycérol	50 ml	
– Acide nitrique	45 ml	Attaque 1.
– Acide fluorhydrique	5 ml	

et :

– Glycérol	45 ml	
– Acide sulfurique	45 ml	Attaque 2.
– Acide fluorhydrique	10 ml	

Ainsi qu'une attaque acide fluorhydrique OPS (CEA) (Attaque 3).

Les échantillons sont attaqués à température ambiante pendant une durée allant de 30 secondes à 2 minutes selon la nature du traitement.

### • Microscopie optique et électronique à balayage

Les échantillons traités après ou sans fluage ont été observés en microscopie optique en lumière standard et polarisée, les grossissements pouvant aller de  $\times 50$  à  $\times 1000$ .

Les observations en microscopie électronique à balayage ont été réalisées en mode électrons secondaires. La tension appliquée varie de 15 à 20 kV. 3 microscopes électroniques ont été utilisés tout au long de cette étude (2 au CDM et 1 au CEA).

- Un LEO 1450 VP
- Un GEMINI DSM 9082
- Un JEOL 6400

## II.3 Dissolution anodique sélective

Le protocole a été mis au point par G. Jago et coll., au sein du CEA/SRMA, et a fait l'objet d'un brevet [JAG98].

La dissolution anodique sélective consiste en une dissolution préférentielle totale (ou partielle) de la matrice de zirconium- $\alpha$  par voie électrochimique.

Un tronçon de tube de Zr-1%NbO à analyser est fixé à l'anode, une grille en platine est fixée à la cathode.

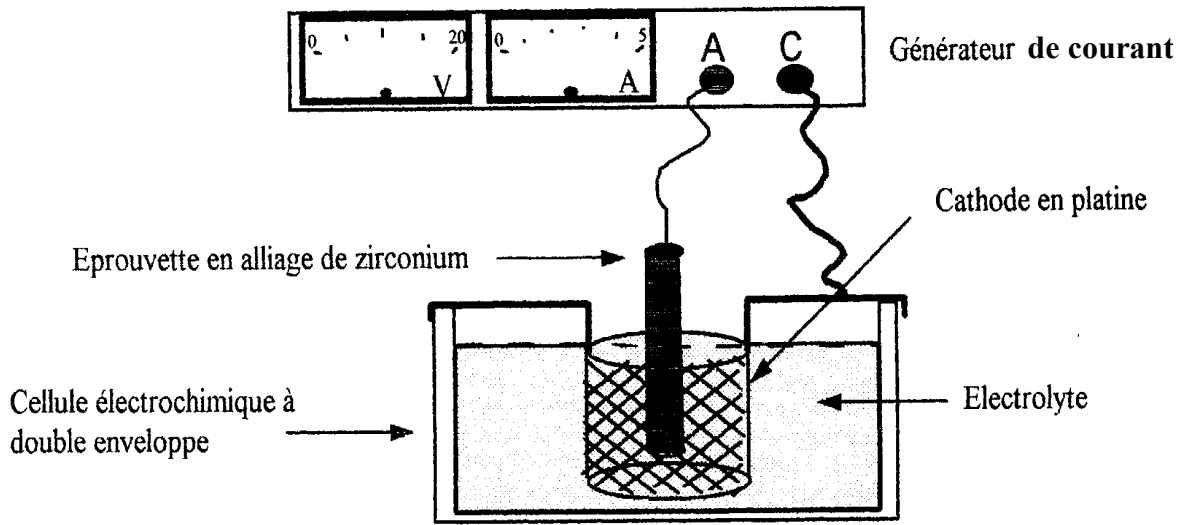
L'échantillon et la grille sont placés dans une cellule électrochimique à double enveloppe permettant un maintien de la température de la solution électrolytique aux environs de 20 °C.

L'éprouvette et la grille sont reliées à un générateur délivrant, dans la cellule, un courant d'intensité fixée (figure II.4).



La solution électrolytique est composée d'acide perchlorique, d'éther monobutylique de l'éthylène glycol et d'éthanol.

Les résidus d'extraction sont filtrés et observés au MEB sur le filtre.



**Figure II.4.** Montage de la dissolution anodique sélective [TOF00].

## II.4 Répliques extractives

La préparation d'une réplique extractive consiste à extraire les précipités (phases dans notre cas) d'une matrice métallique. Ces précipités sont récupérés sur une matrice carbone. En utilisant une matrice carbone, il est fait totalement abstraction des éléments de la matrice pouvant également rentrer dans la composition des précipités.

Après obtention d'une surface polie (polissage jusqu'à  $3\ \mu\text{m}$ ), la surface de l'échantillon est attaquée de manière sélective, mettant en relief les précipités à extraire.

L'échantillon ainsi préparé est ensuite recouvert d'un film de carbone obtenu par évaporation sous vide secondaire. Le film est désolidarisé de la matrice par une dissolution électrolytique. Le film de carbone qui s'est détaché du reste de l'échantillon, ne contient plus que les précipités révélés lors de l'attaque.

Cette technique nous a permis d'isoler la phase  $\beta$  en lattes obtenue après essais de fluage dans le domaine  $\alpha$  (après traitement thermique en phase  $\beta$ , chapitre IV) et de pouvoir l'analyser.

## II.5 Suivi expérimental de la transformation de phase du Zr-1%NbO

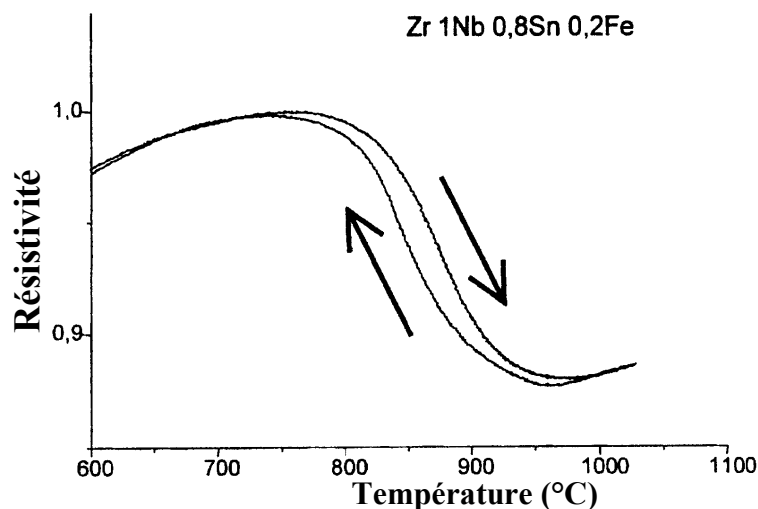
Lors de cette étude quatre techniques ont été utilisées pour suivre la transformation de phase du matériau étudié :

- une technique directe se basant sur les observations microstructurales du matériau. Cependant une difficulté à surmonter en utilisant cette technique est de pouvoir distinguer l'ex phase  $\beta$  transformée à haute température de la phase  $\alpha$  (en particulier dans certains alliages de zirconium). Heureusement, le Zr-1%NbO est un alliage qui se trempe bien même à des vitesses de refroidissement lentes (de l'ordre de  $10\ ^\circ\text{C}/\text{min}$ ). Cette trempabilité a été montrée par l'établissement d'un diagramme TRC d'un alliage Zr-1%Nb pour différentes vitesses de trempe [TOF00]. Les microstructures obtenues

sont ensuite traitées par analyse d'images et le taux de phase transformé en fonction de la température est déduit. Cependant il est difficile de quantifier par analyse d'images le taux de transformation au tout début de la transformation à cause de la difficulté de retenir ou de tremper la faible proportion de la phase  $\beta$  qui s'est transformée à haute température.

Trois techniques indirectes ont ainsi été utilisées pour suivre la transformation de phase du matériau :

- suivi des variations de résistivité électrique de l'échantillon (technique de résistivité). Cette technique a été choisie pour suivre in situ la transformation du matériau tout au long de cette étude. En effet, les deux phases  $\alpha$  et  $\beta$  n'ont pas tout à fait la même résistivité électrique. La transformation de phase induit donc des variations de résistivité. Certains auteurs ont utilisé cette technique pour déterminer des cinétiques de transformation et des taux de transformation sur des alliages de zirconium, de titane ou des aciers [COR97, ARI87, HAMA92, CAN00]. La figure II.5 montre l'évolution de la résistivité d'un alliage de zirconium autour du changement de phase. Contrairement aux aciers, la courbe en phase  $\alpha$  est loin d'être une droite ce qui pose des difficultés pour extrapoler la résistivité de la phase  $\alpha$  dans le domaine ( $\alpha + \beta$ ). Canay et coll. [CAN00] ont proposé une méthode d'extrapolation pour calculer le taux de phase transformé en fonction de la température. Cette méthode consiste à ajuster le domaine  $\alpha$  par un polynôme d'ordre 3 et le domaine  $\beta$  par une droite et à utiliser la méthode des leviers pour calculer le taux de phase. C'est cette méthode qui a été utilisée dans le dépouillement de nos courbes de résistivité.



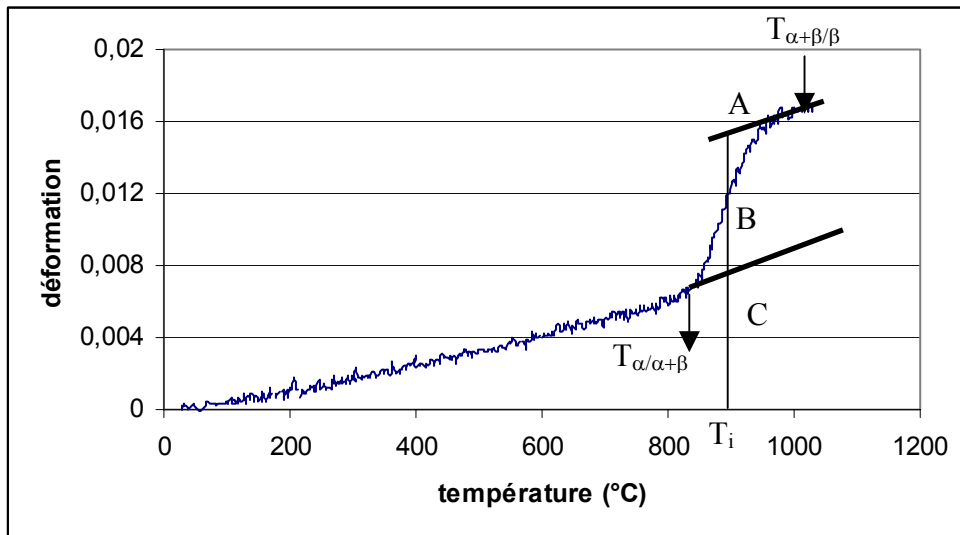
**Figure II.5.** Evolution de la résistivité d'un alliage Zr-Nb-Sn-Fe autour de la transformation de phase en fonction de la température [CAN00].

- suivi de la transformation par dilatométrie (technique de dilatométrie). La transformation de phase provoque une variation de longueur du matériau, ce qui permet en mesurant cette variation et en la comparant à la variation provoquée par la transformation totale de visualiser la cinétique de transformation et de suivre son avancement (figure II.6) [BRA98, FORG00]. Cette technique a surtout été utilisée pour déterminer les coefficients de dilatation au chauffage et au refroidissement de l'alliage

et non les points et les cinétiques de transformation à cause de l'allongement de l'éprouvette.

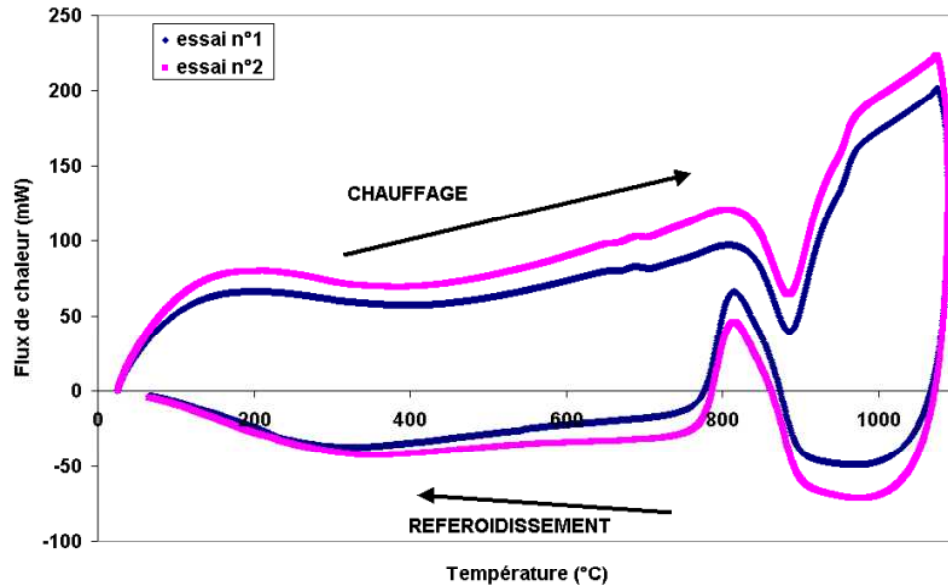
La fraction de la phase  $\beta$  à la température  $T_i$  est donnée simplement par la relation :

$$Y_i = [A,B]/[A,C]$$



**Figure II.6.** Courbe montrant la méthode utilisée pour calculer le taux de phase transformé lors d'un essai de dilatométrie d'un alliage Zr-1%NbO au premier chauffage.

- La dernière technique utilisée pour suivre la transformation de phase du matériau étudié est la calorimétrie différentielle à balayage (technique de calorimétrie). Cette technique est particulièrement intéressante pour déterminer les températures de transformation à faibles vitesses de chauffage et de refroidissement. Elle permet aussi de bien approcher les conditions d'équilibre. Cependant elle ne permet pas d'explorer les fortes vitesses de chauffage. La figure II.7 montre deux cycles complets lors de deux essais de calorimétrie de l'alliage étudié. On reviendra par la suite sur l'interprétation de ces cycles.



**Figure II.7.** Thermogramme obtenu en calorimétrie pour le Zr-1%NbO.

Certaines de ces techniques (résistivité, dilatométrie, calorimétrie et analyses d'images) ont été comparées lors d'études réalisées au CEA [COR97, LEB96, JOU97, BRA98]. Il apparaît certaines différences entre les techniques, tant au niveau des cinétiques de transformation qu'à celui des taux de phase calculés en fonction de la température. D'où l'importance de valider la technique utilisée pour suivre la transformation de phase de notre matériau tout au long des essais réalisés, en comparant les résultats à ceux obtenus par les autres techniques et à des valeurs connues comme, par exemple, la courbe d'équilibre calculée du matériau.

La technique utilisée pour le suivi de transformation de phase est la résistivité. Sa validation est détaillée dans le chapitre « transformations de phase » (chapitre III).

### **CHAPITRE III**

**TRANSFORMATIONS DE PHASE  $\alpha \leftrightarrow \beta$  DANS  
LA GAINÉ DE COMBUSTIBLE EN Zr-1%NbO**

### III.1 Introduction

Ce chapitre est consacré à la transformation  $\alpha \leftrightarrow \beta$  dans le zirconium et les alliages zirconium-niobium (en particulier l'alliage Zr-1%NbO). Le but est de cerner les points importants dans la perspective de l'étude de couplage entre la transformation de phase et le comportement mécanique de l'alliage.

La première partie constitue une étude bibliographique sur la transformation  $\alpha \leftrightarrow \beta$  dans le zirconium et dans les alliages zirconium-niobium. Les effets cristallographiques sont décrits et, en particulier, le mécanisme de Burgers. L'effet de l'oxygène (élément important dans l'alliage étudié) est étudié. Un dernier paragraphe est consacré aux cinétiques de transformation de phase dans les alliages de zirconium.

La deuxième partie est consacrée à la présentation des résultats des différentes techniques utilisées pour suivre la transformation de phase du matériau étudié. Une validation expérimentale du suivi de la transformation de phase par résistivité est proposée afin d'utiliser cette technique comme moyen du suivi de la transformation tout au long de cette étude.

## III.2 Les transformations de phase dans les alliages de zirconium : état de l'art

### III.2.1 Généralités

Le Zirconium pur peut exister sous deux formes allotropiques différentes :

- une phase  $\alpha$  stable à l'ambiante. Son réseau est hexagonal compact avec un rapport  $c/a = 1.593$  et  $a = 0.323$  nm à  $25^\circ\text{C}$  [LAN59, MIQ82, BUR34], la température de transformation est de  $862^\circ\text{C}$  [AKH76].
- Une phase  $\beta$  haute température ( $T > 862^\circ\text{C}$ ) cubique centrée avec  $a = 0.361$  nm à  $870^\circ\text{C}$  [PAR 67].

L'enthalpie de la transformation  $\alpha \rightarrow \beta$  est de  $4.12$  kJ/mol [TER97].

Les paramètres cristallins du zirconium dépendent de la teneur en oxygène présente [ACA69] (figure III.1).

La maille élémentaire de la phase  $\beta$  est plus compacte que celle de la phase  $\alpha$  :  $V_\alpha = 23.807 \text{ \AA}^3$  et  $V_\beta = 23.503 \text{ \AA}^3$  [JOU97]. La transformation  $\alpha \rightarrow \beta$  s'accompagne donc d'une contraction volumique comme le constatent Miquet [MIQ82] et Brachet [BRA98].

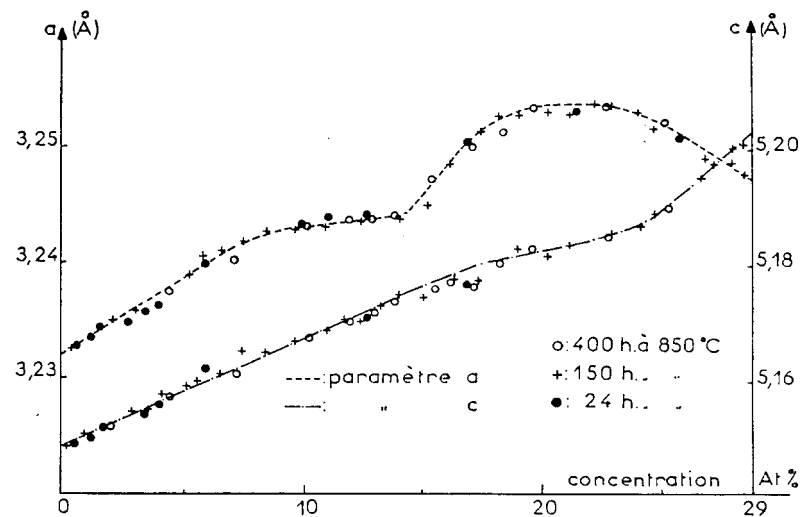
La transformation  $\beta \rightarrow \alpha$  dans le zirconium se produit selon un processus martensitique. Du point de vue cristallographique, ces transformations se produisent par un mécanisme du type « cisaillement » : déplacement coopératif d'un grand nombre d'atomes amenant les plans atomiques de leur ancienne à leur nouvelle position.

Bürgers [BUR34], dans une étude de la cristallographie de la transformation  $\beta \rightarrow \alpha$  dans le zirconium (figure III.2) a montré l'existence de relations d'orientation entre les cristaux de la phase  $\alpha$  et les cristaux parents de la phase  $\beta$ . Ces relations sont les suivantes :

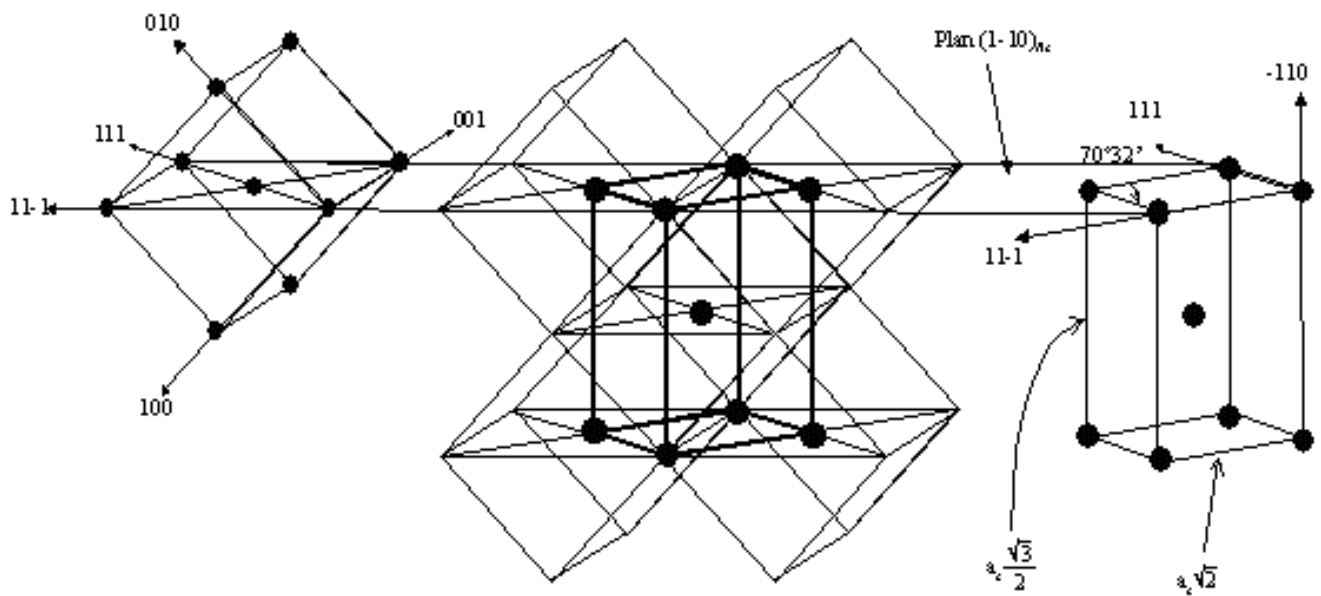
$\{0001\}_\alpha // \{110\}_\beta$  et  $[1120]_\alpha // [111]_\beta$ .

En principe, d'après ces relations, chaque cristal  $\beta$  peut donner par transformation douze orientations  $\alpha$  différentes. Par contre, un cristal  $\alpha$  par transformation inverse ne peut donner que six orientations  $\beta$ . La figure III.3 est la projection stéréographique des douze orientations possibles des cristaux  $\alpha$  provenant d'un même cristal  $\beta$ .

Dans cette même étude, Bürgers décrit la transformation  $\beta \rightarrow \alpha$  comme un cisaillement de  $22\%$  suivant la famille de plans  $(112)_\beta$  parallèlement à la direction  $[111]_\beta$  (figure III.2). D'autres auteurs notamment Langeron [LAN59] et Bowles [BOW51] proposèrent d'autres plans. Van Ginneken et Burgers [VAN52] en reprenant le travail initial de Bürgers [BUR34] trouvèrent, expérimentalement cette fois, un plan limite de type  $\{569\}_\beta$  ou  $\{145\}_\beta$ , l'ambiguïté provenant de la détermination de l'orientation originelle du cristal  $\beta$ .

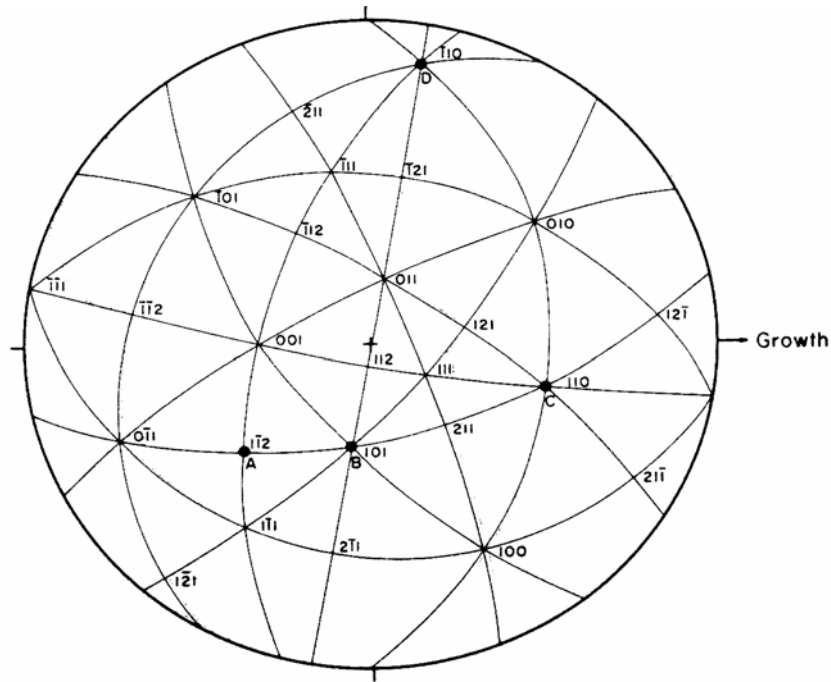


**Figure III-1.** Variations des paramètres  $a$  et  $c$  de la solution solide Zr-O en fonction de la teneur en oxygène [ACA69].



**Figure III-2.** Mécanisme de Burgers [BUR34].





**Figure III-3.** Projection stéréographique des 12 orientations des cristaux  $\alpha$  provenant d'un même cristal  $\beta$ . Plan de projection :  $\{110\}_{\beta}$  [LAN59].

### III.2.2 Cas des alliages zirconium-niobium

Le diagramme de phases binaire établi par Abriata [ABR82] (figure III.4) présente une transformation monotectoïde  $\beta \leftrightarrow \alpha\text{Zr} + \beta\text{Nb}$  à  $620 \pm 10$  °C [KNA60, FLEW72].

En dessous du palier monotectoïde, il existe un domaine biphasé  $\alpha\text{Zr} + \beta\text{Nb}$  : ces deux phases étant issues de la réaction monotectoïde. La phase  $\alpha$  est une solution solide riche en Zr, la phase  $\beta\text{Nb}$  est une phase cubique centrée riche en niobium (%Nb  $\geq 85$  %).

La solubilité du niobium dans le zirconium  $\alpha$  a été étudiée expérimentalement par Van Effenterre [EFF72] (figure III.5). D'après ces données, la solubilité du niobium dans la phase  $\alpha$ , juste en dessous du palier monotectoïde ( $\sim 600$  °C), serait voisine de 0.6 % massique.

Ainsi les différentes phases d'équilibre présentes dans un alliage zirconium-niobium sont :

- $\alpha$  : solution solide de Nb dans Zr de structure hexagonale compacte ;
- $\beta$  : solution solide de Zr-Nb stable à haute température de structure cubique centrée ;
- $\beta\text{Zr}$  : solution solide de Zr-Nb riche en Zr ;
- $\beta\text{Nb}$  : solution solide de Zr-Nb riche en Nb.

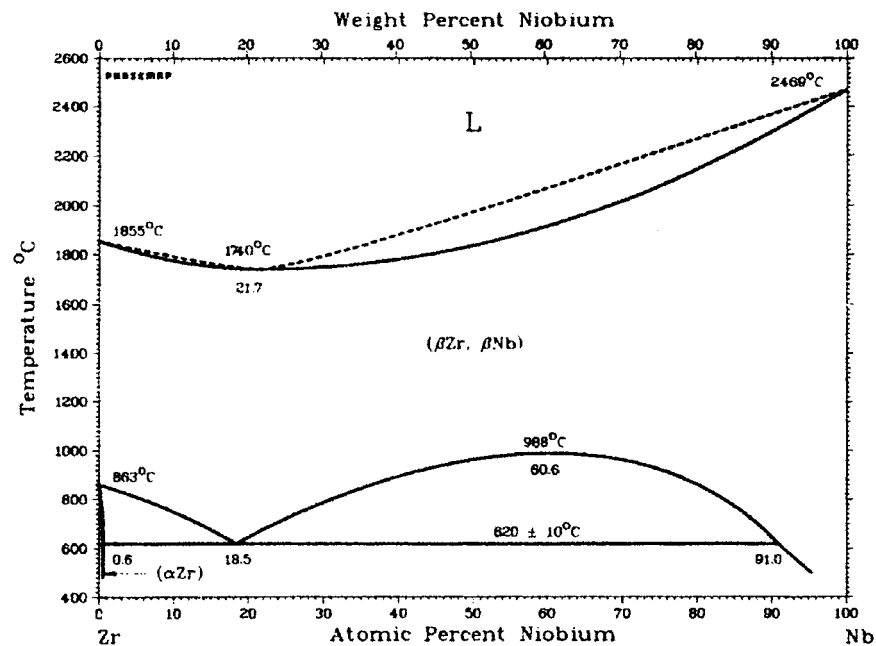


Figure III-4. Diagramme d'équilibre du système Zr-Nb d'après [ABR82].

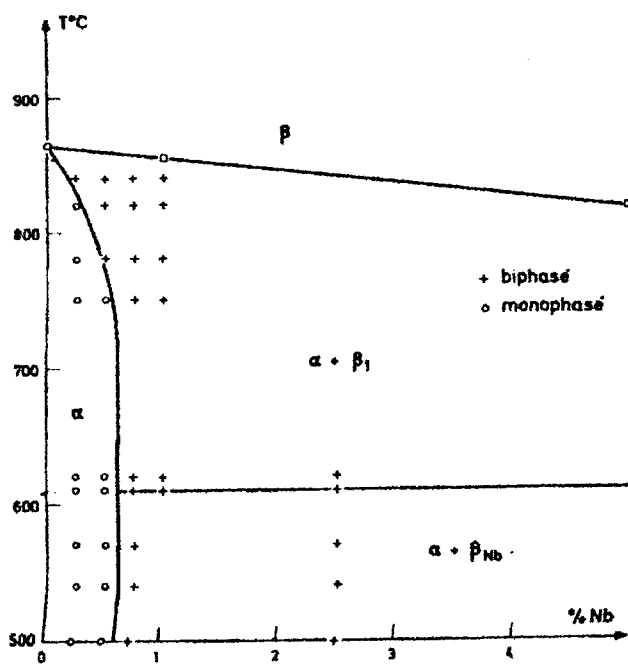


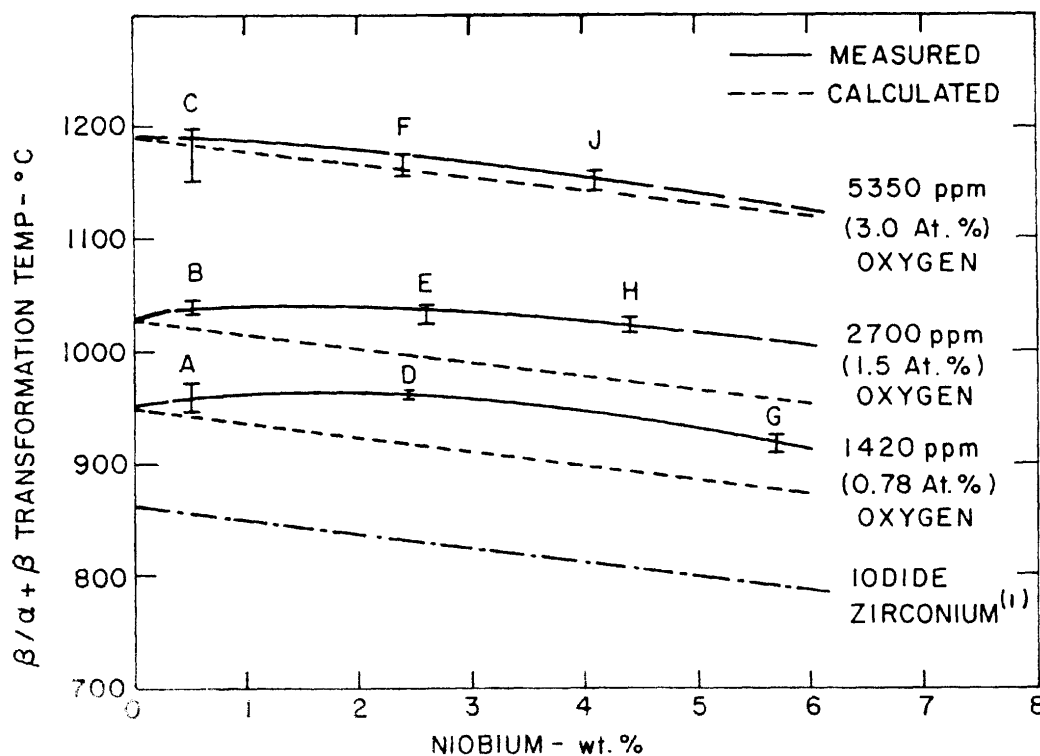
Figure III-5. Domaine de la solution solide α de Nb dans le zirconium d'après [EFF72].

### Influence de l'oxygène

Les températures de transformation varient sensiblement avec la teneur en oxygène dans le cas des alliages Zr-Nb-O (figure III.6) [HUN70]. En effet pour une teneur en Nb de 1 % la température de la transformation  $\beta \rightarrow \alpha + \beta$  varie à peu près de 70 °C pour une variation en teneur d'oxygène de 1280 ppm.

D'après Hunt et Nakai et col. [HUN71, NAK81], une augmentation de la teneur en oxygène tend à augmenter la solubilité du Nb dans le zirconium- $\alpha$ .

Enfin, l'oxygène conduit à un effet durcissant en solution solide dans les alliages base Zr, à 20 °C [WINTON66]. Il est de ce fait ajouté volontairement aux alliages industriels, en proportion contrôlée (1200 ppm, 1400 ppm,...), pour les renforcer.



**Figure III-6.** Influence de l'oxygène sur les températures de transformation  $\beta / \beta + \alpha$  [HUN70].

### Cinétique de transformation

Quelques études ont été menées sur la transformation de phase  $\alpha \leftrightarrow \beta$  en conditions isothermes.

Douglass [DOU71] et Higgins [HIG66] proposèrent différents diagrammes TTT en fonction de la teneur en Nb et en oxygène dans le zirconium (figures III.7 et III.8). D'après la figure III.8, il apparaît que, lorsque l'on refroidit l'alliage depuis la phase  $\beta$  à une température du domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ), la transformation de phase s'amorce quasi immédiatement. L'influence de la température du traitement  $\beta$  sur la transformation isotherme est illustrée sur la figure III.9. La vitesse de transformation est retardée par

l'augmentation de la température du traitement  $\beta$ , et cet effet devient plus apparent aux températures de transformation les plus élevées.

La température du début de la transformation martensitique dans l'alliage Zr-2.5 %Nb contenant 700 ppm d'oxygène est de l'ordre de  $670\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$  [HIG66].

La figure III.10 illustre les micrographies de la transformation  $\beta \rightarrow \alpha$  dans un alliage Zr-2.5 %Nb à  $740\text{ }^{\circ}\text{C}$  et à  $780\text{ }^{\circ}\text{C}$  [HIG66]. La phase  $\alpha$  commence à germer aux joints de grains avant de croître sous forme de plaquettes dans le grain  $\beta$ .

D'après les diagrammes TRC de quelques alliages Zr-Nb (figure III.11) [HUN71], on peut dire qu'il est, en pratique, très difficile de tremper l'alliage en phase  $\beta$  sans passer dans le domaine de la transformation  $\beta \rightarrow \alpha$ . Ainsi la phase  $\beta$  métastable ne peut pas être entièrement retenue à température ambiante. Nous constatons aussi que l'augmentation de la teneur en niobium dans l'alliage augmente sa trempabilité mais la trempabilité reste toujours très difficile à obtenir expérimentalement, c'est-à-dire qu'il est très difficile de retenir plus que quelques % de bêta, d'où l'importance de bien connaître les aspects cinétiques de la transformation  $\alpha \leftrightarrow \beta$ .

Forgeron, Brachet et coll. [FORG00] ont modélisé les cinétiques de transformation de phase dans les alliages de zirconium pour des vitesses de chauffage et de refroidissement allant de  $0.1$  à  $200\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ . Tout d'abord, il est nécessaire de connaître la transformation  $\alpha \leftrightarrow \beta$  à l'équilibre (taux de transformation en fonction de la température). Pour cela, à partir des données expérimentales (anisothermes donc hors équilibre), en utilisant les travaux de Zhu et Devletian [ZHU91], les auteurs ont extrapolé les valeurs à l'équilibre. Du fait de son allure sigmoïdale, la courbe en conditions de quasi-équilibre est décrite par la loi suivante :

$$y_{eq} = 1 - \exp\left\{-\left[k(T_{eq} - T_0)\right]^n\right\} \quad (\text{III-1})$$

avec  $k = 1/(T_{63.2\%} - T_0)$ ,  $T_{63.2\%}$  est la température correspondant à 63.2% de transformation,  $T_0$  la température de début de transformation à l'équilibre.  $T_0$  et  $n$  sont deux paramètres à ajuster.

Pour le Zr-1 %NbO, dans les conditions d'équilibre, on a :  $k = 8.4 \times 10^{-3}\text{ K}^{-1}$ ,  $T_0 = 749\text{ }^{\circ}\text{C}$ , et  $n = 2.9$ . Dans un deuxième temps, le modèle de prévision de la cinétique de la transformation  $\alpha \leftrightarrow \beta$  s'appuie sur les travaux de Holt [HOL70] qui a déjà proposé une modélisation de la cinétique de la transformation  $\alpha \rightarrow \beta$  dans les alliages de zirconium :

$$\frac{dy}{dt} = \pm K \cdot \exp(-A/RT) \cdot |T_{eq} - T|^m \quad (\text{III-2})$$

avec  $y$  le taux de transformation (taux de phase  $\beta$  au chauffage et taux de phase  $\alpha$  au refroidissement),  $T_{eq}$  est la température d'équilibre correspondant au taux de transformation  $y$  et  $K$ ,  $E$  et  $m$  sont trois paramètres à ajuster. Pour une vitesse de chauffage ou de refroidissement donnée, la cinétique de transformation est calculée par intégration numérique de cette loi en considérant que le début de la transformation est donnée par la relation empirique suivante :

$$T_0 = A + B \cdot \ln(r) \quad (\text{III-3})$$

avec  $r$  la vitesse de chauffage ou de refroidissement en  $^{\circ}\text{C/s}$  et  $A$  et  $B$  deux coefficients qui valent dans le cas du Zr-1 %NbO au chauffage :  $A = 767\text{ }^{\circ}\text{C}$ , et  $B = 36.7^{\circ}\text{C}$ .

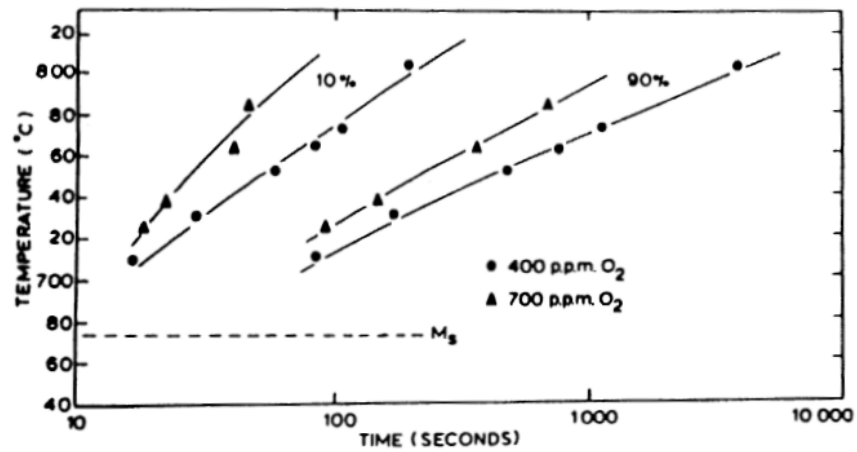


Figure III-7. Diagramme TTT d'un alliage Zr-2.5 %Nb traité à 1080 °C pendant 4 min [HIG66].

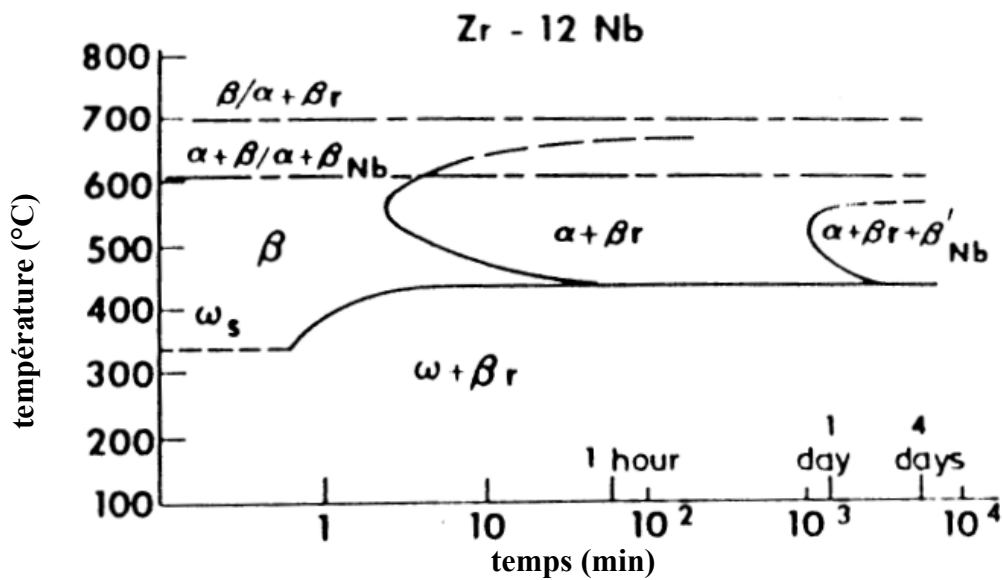


Figure III-8. Diagramme TTT d'un alliage Zr-12 %Nb [DOUG71].

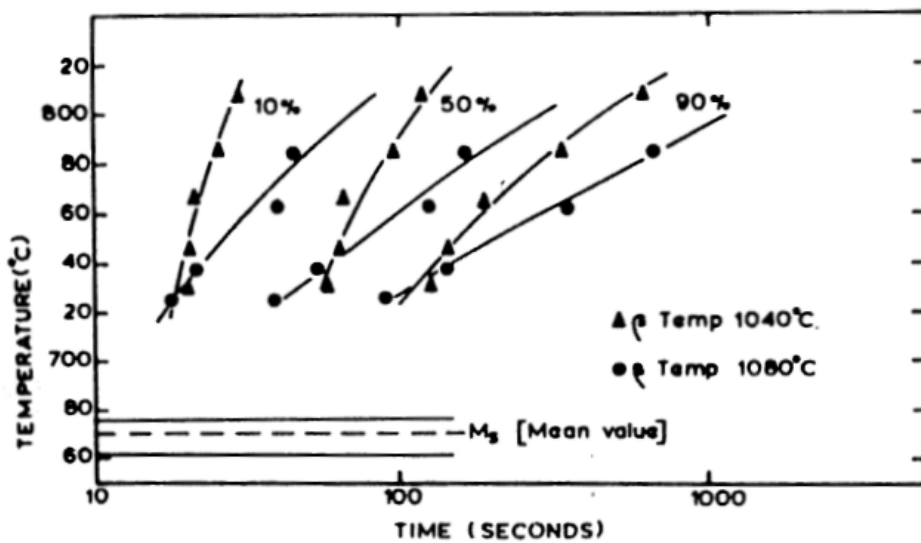
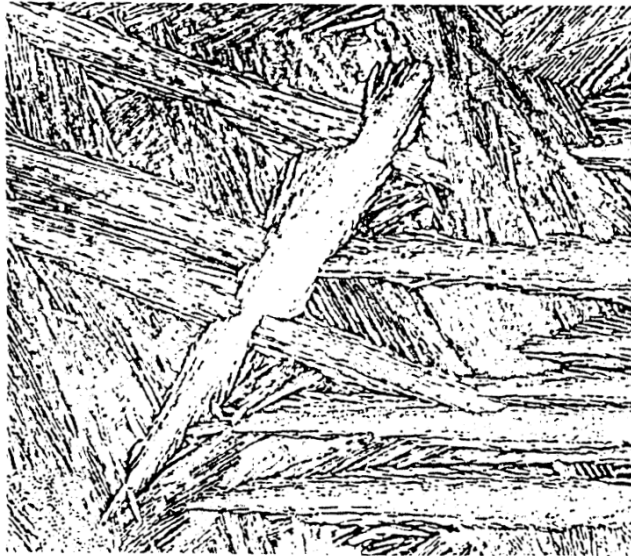
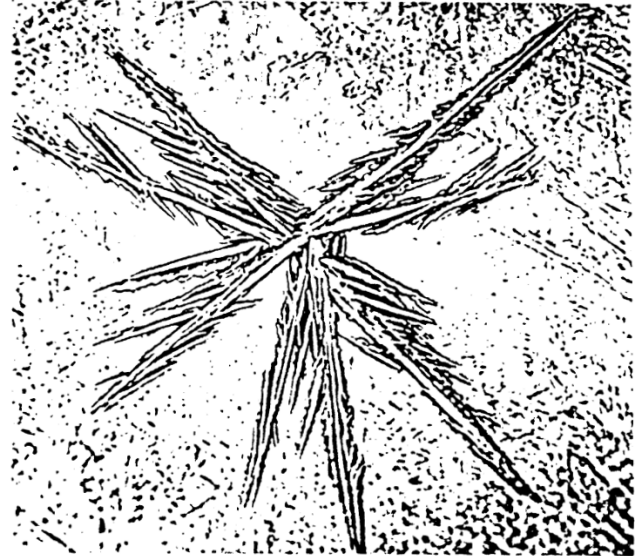


Figure III-9. Influence du traitement  $\beta$  sur le diagramme TTT du Zr-2.5 %Nb [HIG66].

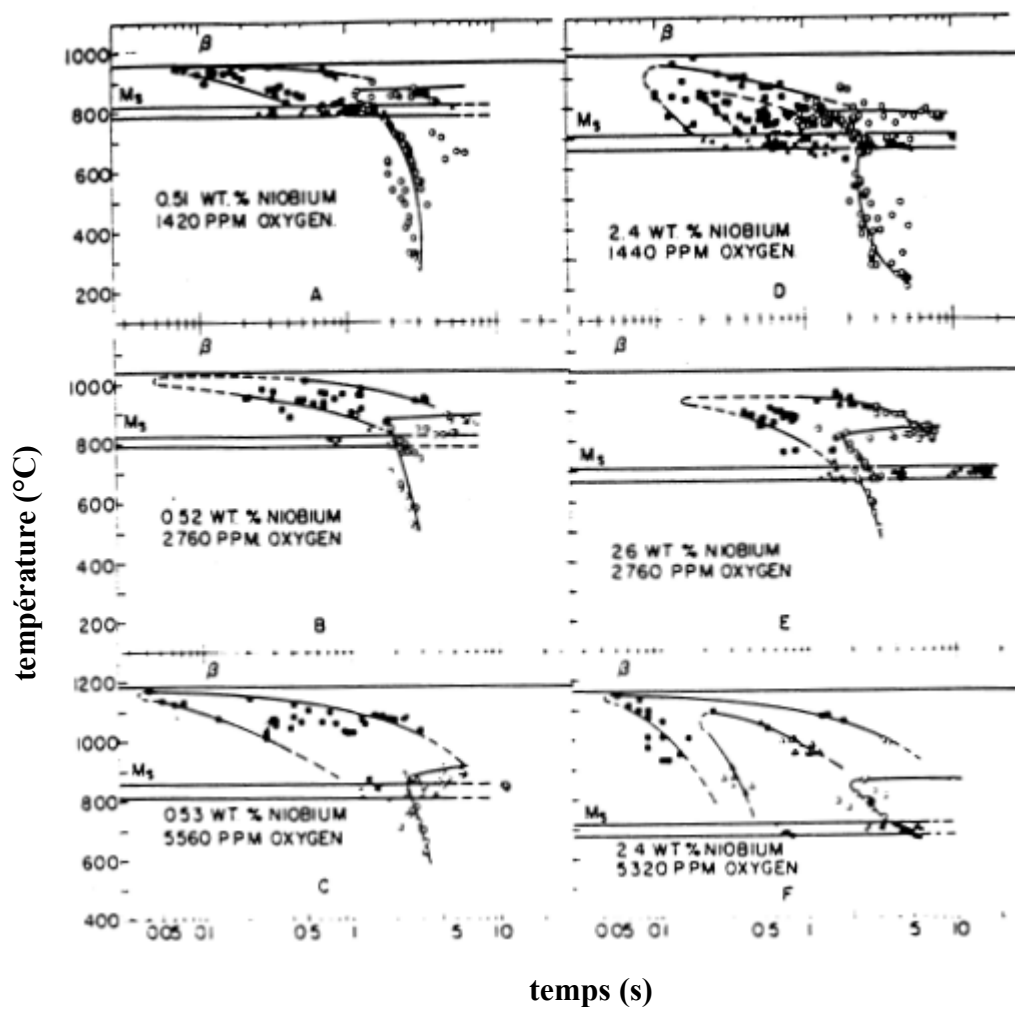


(a) . (×300)



(b). (×550)

**Figure III-10.** Microstructure d'un alliage Zr-2.5 %Nb [HIG66] : (a) transformé 14 minutes à 740 °C  
(b) transformé 200 secondes à 780 °C



**Figure III-11.** Diagrammes TRC de quelques alliages Zr-Nb [HUN71] (temps en s, température en °C).

### III.3 Changements de phase dans le Zr-1%NbO

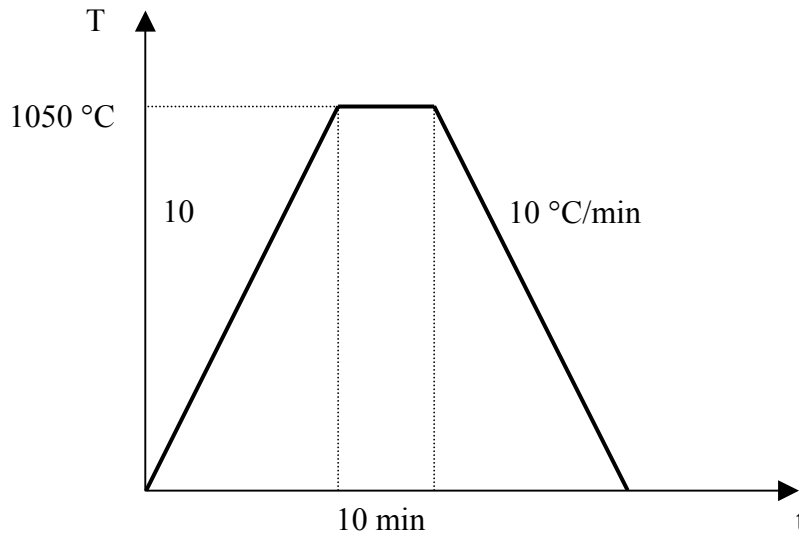
#### III.3.1 Expériences et résultats

##### III.3.1.1 Essais de résistivité

Comme indiqué au chapitre précédent, la technique de résistivité est celle utilisée pour suivre les transformations de phase du Zr-1%NbO lors de cette étude.

Pour valider cette technique, nous l'avons comparée à d'autres techniques (calorimétrie, analyse d'images) et aux résultats obtenus par des calculs thermodynamiques.

Le cycle thermique réalisé lors des essais de résistivité est le suivant :



La courbe de résistivité obtenue (figure III.12) est susceptible de traduire plusieurs phénomènes. Elle est évidemment dépendante de l'évolution de la résistivité de l'éprouvette. Mais elle dépend aussi de la variation de ses dimensions entre les prises de potentiel.

Avec deux hypothèses simples, il est possible de s'affranchir de la contribution de la déformation dans le signal électrique pour ne conserver que la contribution de la résistivité : on supposera d'une part que le volume est conservé et que, d'autre part, la déformation est homogène sur la base de mesure de l'éprouvette (entre les deux prises de potentiel et même entre les deux drapeaux).

Le potentiel mesuré U s'écrit :

$$U = \frac{\rho \cdot l}{S} I = \frac{\rho \cdot l^2}{V} I \quad (\text{III-4})$$

avec  $\rho$  la résistivité de l'éprouvette,  $l$  la distance entre les prises de potentiel,  $S$  la section de l'éprouvette,  $V$  le volume de matière compris entre les prises de potentiel ( $V = l \cdot S$ ) et  $I$  le courant constant qui traverse l'éprouvette. Nous avons considéré que  $\rho$  ne dépend que de la température et est indépendant de la déformation de fluage.

Avec l'hypothèse de conservation du volume au cours de l'essai, le signal correspond donc à :

$$\frac{U}{U_0} = \frac{\rho}{\rho_0} \frac{l^2}{l_0^2} \quad (\text{III-5})$$

▲

Contribution de la  
résistivité

▲

Contribution de la  
déformation

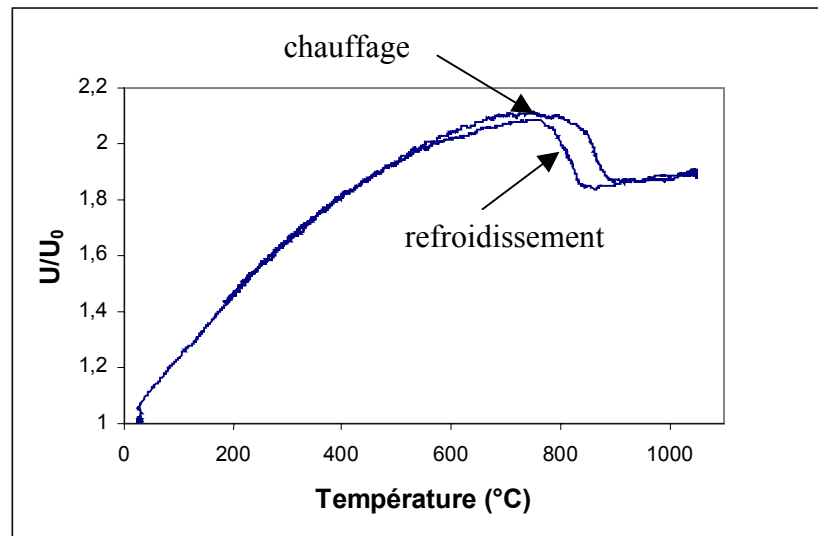
L'extensomètre laser fournit une valeur pour la longueur de la base de mesure de l'éprouvette  $L$ .  $L$  vaut environ 25 mm alors que  $l$  vaut environ 20 mm. Les hypothèses formulées précédemment permettent d'écrire  $L/L_0 = l/l_0$ . Ainsi, on a :

$$\frac{U}{U_0} \frac{L_0^2}{L^2} = \frac{\rho}{\rho_0} \quad (\text{III-6})$$

Ce signal ne dépend plus que des variations de résistivité de l'éprouvette.

En l'absence d'une déformation :  $\frac{U}{U_0} = \frac{\rho}{\rho_0} \quad (\text{III-7})$

La vitesse de chauffage et de refroidissement a été fixée à 10 °C/min pour pouvoir comparer les résultats obtenus par résistivité à ceux obtenus par calorimétrie.



**Figure III-12.** Evolution de la résistivité en fonction de la température.

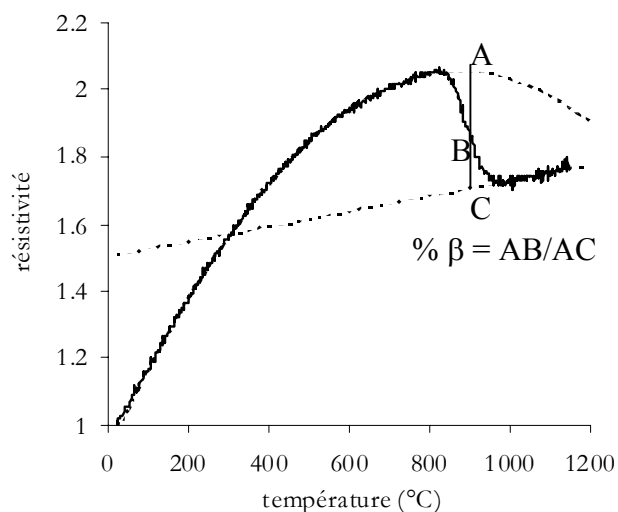
Comme expliqué au chapitre où sont présentées les techniques expérimentales, les températures ainsi que les cinétiques de transformation sont calculées en ajustant le domaine  $\alpha$  par un polynôme d'ordre 3 et le domaine  $\beta$  par une droite. Le calcul du taux de phase transformé utilise la méthode des leviers (figure II-6).

Les températures de transformation de l'alliage Zr-1%NbO correspondant à une vitesse de chauffage et de refroidissement de 10 °C/min sont illustrées dans le tableau III.1.

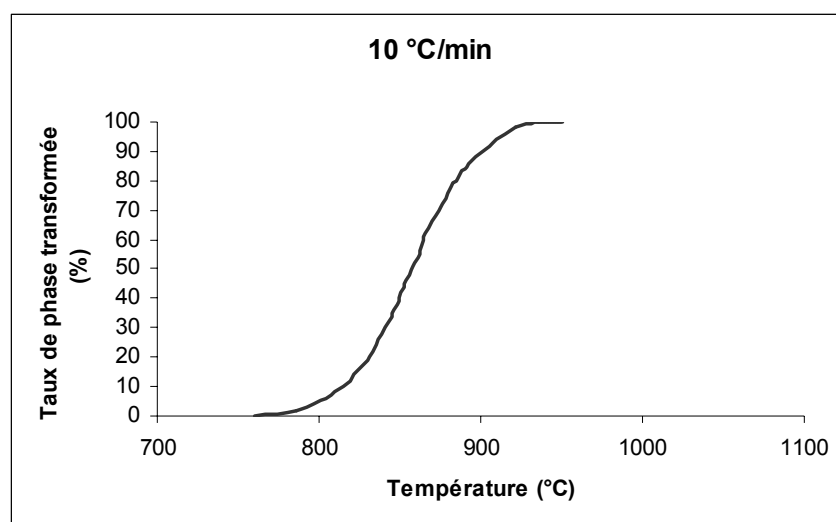


<b>Tableau III.1.</b> Températures de transformation de l'alliage Zr-1%NbO		
Chauffage	T $\beta_s$ (°C)	770 $\pm$ 5
	T $\beta_f$ (°C)	940 $\pm$ 5
Refroidissement	T $\alpha_s$ (°C)	920 $\pm$ 5
	T $\alpha_f$ (°C)	785 $\pm$ 5

Les figures III.13 et III.14 illustrent respectivement la méthode de calcul du taux de transformation et la variation du taux de phase  $\beta$  en fonction de la température.



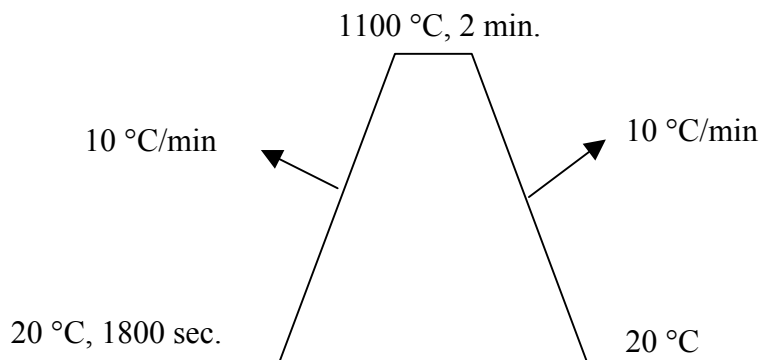
**Figure III-13.** Méthode de calcul de taux de transformation



**Figure III-14.** Taux de phase transformée en fonction de la température

### III.3.1.2 Essais de calorimétrie

Le cycle thermique réalisé est le suivant :



Pour déterminer les pourcentages de phase  $\beta$  au chauffage, nous avons successivement posé deux hypothèses sur la température de début de transformation  $\alpha/\beta$  :

- **Hypothèse haute (figure III.15)** : nous allons utiliser cette hypothèse pour comparer les résultats de calorimétrie à ceux de résistivité parce que la résistivité avec la procédure de dépouillement utilisée n'est pas sensible à la transformation  $\beta_{Nb} + \alpha_{Zr} \Rightarrow \beta_{Zr}$ . Nous nous plaçons dans les conditions de quasi-équilibre en ne tenant pas compte des quelques  $\beta_{Zr}$  (<10%) formés lors de la transformation du  $\beta_{Nb}$  au voisinage de 650 °C-700 °C.

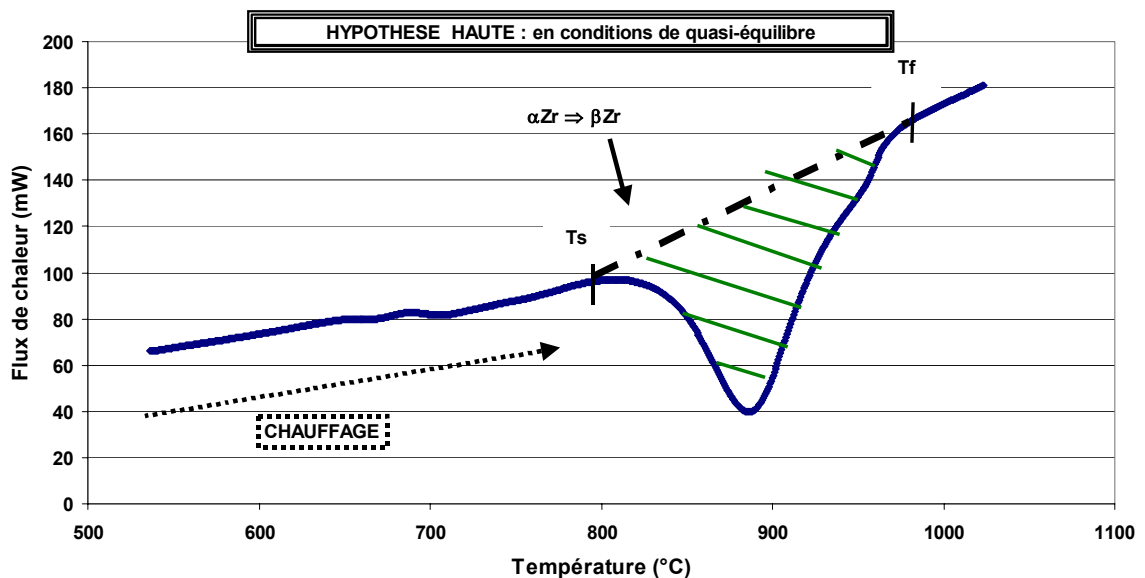
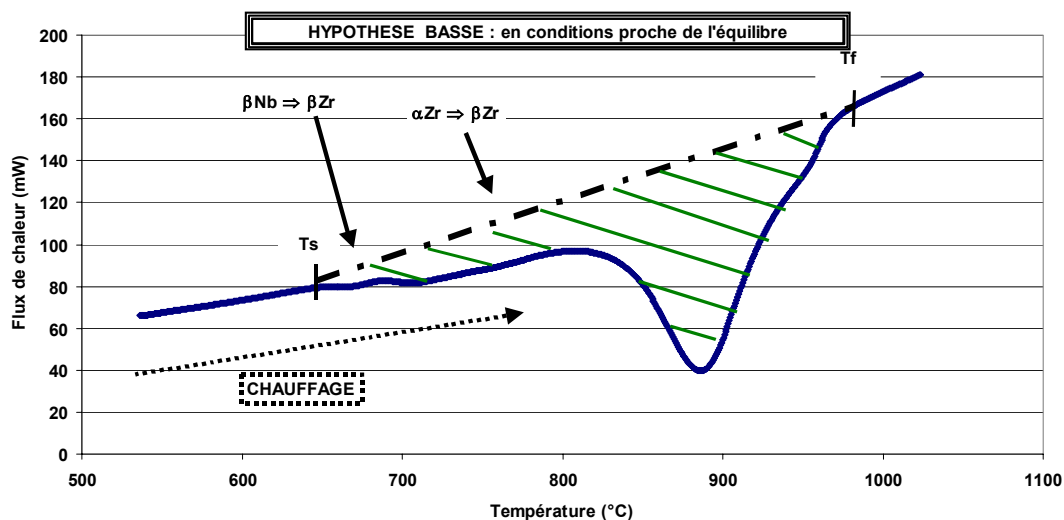


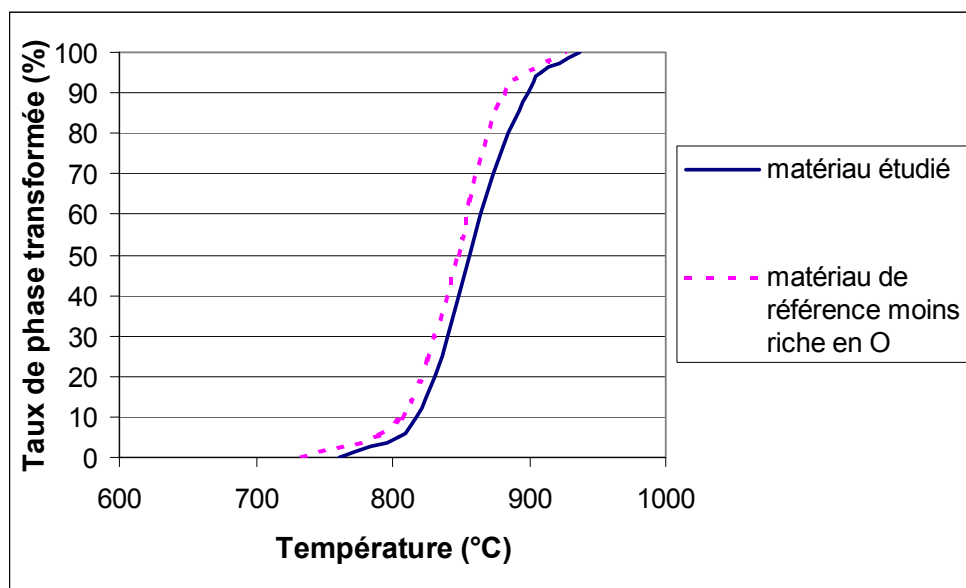
Figure III-15. Hypothèse haute : conditions de quasi-équilibre

- **Hypothèse basse (figure III.16)** : nous nous plaçons dans des conditions en principe plus proches de l'équilibre (c'est à dire que nous tenons compte de la transformation :  $\beta_{Nb} + \alpha_{Zr} \Rightarrow \beta_{Zr}$  vers 650 °C).



**Figure III-16.** Hypothèse basse : conditions en principe plus proches de l'équilibre

Nous avons validé nos essais de calorimétrie en nous recalant sur des essais de même nature pratiqués sur un autre alliage Zr-1%NbO contenant moins d'oxygène que le nôtre (1200 ppm) (figure III.17). Nous voyons ainsi que la courbe de l'alliage contenant plus d'oxygène (matériau étudié) est décalée vers la droite, ce qui est tout à fait normal puisque l'augmentation de l'oxygène se traduit par l'augmentation des températures de transformation.



**Figure III-17.** Courbe de validation des essais de calorimétrie (hypothèse haute) (10 °C/min)

Nous avons déterminé les enthalpies associées à la transformation  $\alpha/\beta$  au chauffage (hypothèse haute) et au refroidissement dans les conditions de « quasi-équilibre ». Les enthalpies ont été déterminées, à titre comparatif, pour deux essais de calorimétrie afin de s'assurer de la bonne reproductibilité des essais (tableau III.2).

<b>Tableau III.2. Enthalpie associée à la transformation <math>\alpha/\beta</math></b>		
	<b>Enthalpie associée à la transformation <math>\alpha/\beta</math> (kJ/mol) (<math>\pm 10\%</math>)</b>	
	Essai 1	Essai 2
Chauffage (hypothèse haute)	3,28	3,37
Chauffage (hypothèse basse)	4.19	4.17
Refroidissement	3,37	3,55

Les valeurs enthalpiques mesurées au chauffage (hypothèse haute et basse) et au refroidissement montrent que c'est sensiblement la même proportion de phase qui se transforme au chauffage comme au refroidissement, ce qui n'aurait pas été le cas si on avait considéré en plus le premier pic au chauffage vers 650 °C-700 °C. Les enthalpies mesurées sont en bon accord avec celle trouvée par Terai dans le cas d'un alliage Zy-4 [TER97].

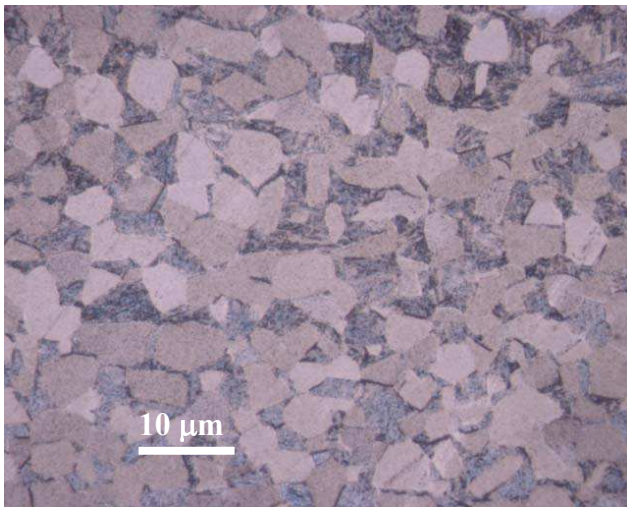
### III.3.1.3 Analyse d'images

Cette technique a deux objectifs majeurs :

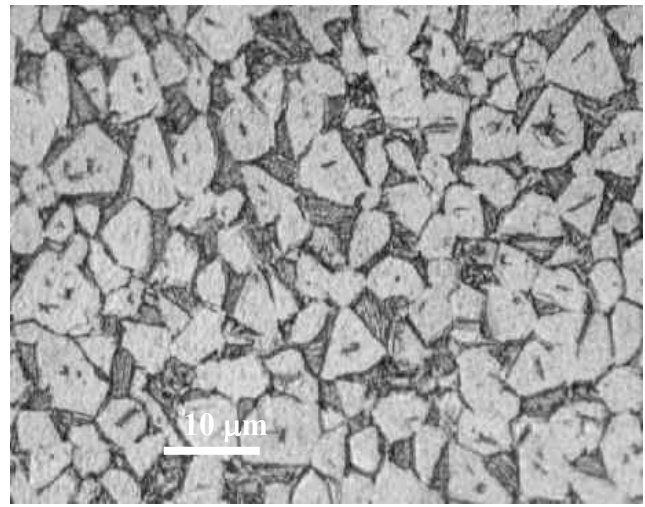
- valider le suivi par résistivité en début d'essai (à déformation nulle) ;
- vérifier la trempabilité de l'alliage dans les conditions de refroidissement accessibles avec la machine, de manière à obtenir de l'information sur la microstructure du matériau au cours des essais de fluage, en particulier dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ).

Des bouts de tronçons de gaine ont été traités dans le domaine biphasé (la vitesse de chauffage est de 10 °C/min) et trempés à une vitesse de 300 °C/min. Les microstructures obtenues ont été traitées par analyse d'images. La trempabilité du matériau en utilisant les vitesses de trempe accessibles par la machine d'essai (en particulier trempe four coupé) a été validée en comparant les microstructures obtenues à celles obtenues en utilisant le dilatomètre de trempe du CEA (DT1000) dont la vitesse de trempe peut atteindre 500 °C/s. Cette validation a été faite en calculant par analyse d'images le taux de phase transformée après traitement dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ) des microstructures obtenues, soit après trempe four coupé en utilisant la machine d'essai ( $\cong 300$  °C/min) soit après trempe rapide ( $\cong 500$  °C/s) en utilisant le dilatomètre de trempe DT1000.

Les résultats obtenus montrent qu'on arrive à visualiser la même fraction de phase transformée à haute température (devenue une microstructure en lattes lors de la trempe, facile à distinguer de  $\alpha$  non transformée) (figure III.18) pour les deux vitesses de trempe, d'où la validation de la trempe four coupé.



(a)



(b)

**Figure III.18.** Traitement thermique à 860 °C. (a) : trempe DT1000, (b) : trempe four coupé

La figure III.19 représente une image réelle et une image traitée pour en déduire le taux de phase transformée en fonction de la température. Le taux de phase est calculé sur une moyenne de six images traitées. Pour des taux de transformation inférieurs à 10 %, il est difficile de quantifier par analyse d'images les microstructures résultantes en raison de la difficulté de tremper la faible quantité de la phase  $\beta$  transformée à haute température. On donne toujours des valeurs surfaciques.

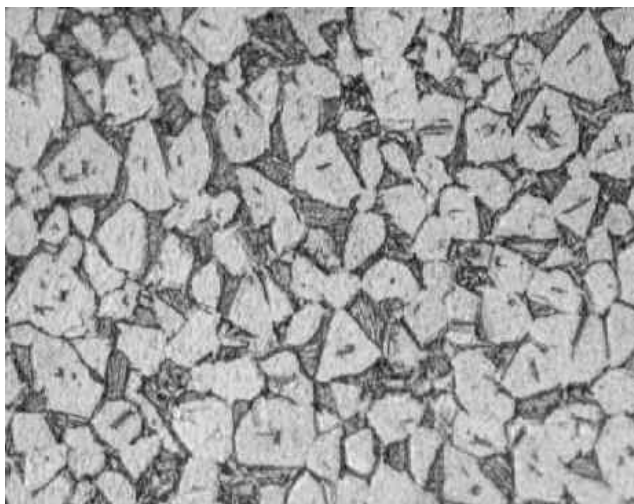


Image réelle

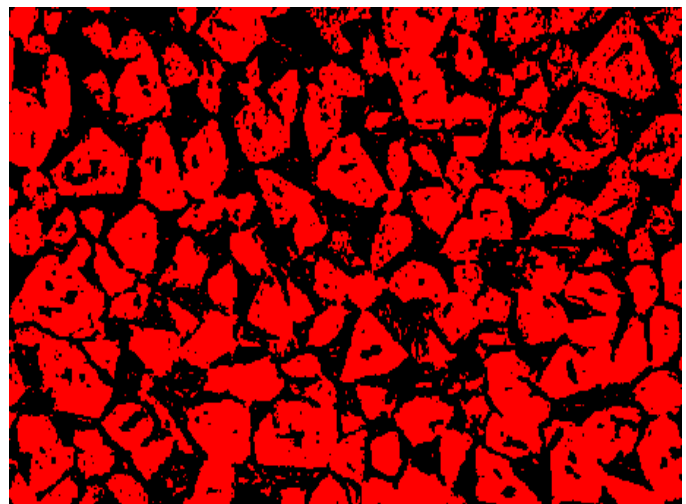


Image seuillée

**Figure III-19.** Exemple de la procédure d'analyse d'images pour déterminer le taux de phase transformée.

### III.3.1.4 Comparaison des résultats

La courbe III-20 résume la variation du taux de phase transformée en utilisant ces trois techniques plus un calcul thermodynamique à l'aide du logiciel Thermocalc [DUP99] effectué en utilisant la composition chimique du matériau étudié. Nous constatons un excellent accord entre les résultats obtenus par résistivité et ceux obtenus par calorimétrie, un bon accord avec ceux obtenus par analyse d'images et une comparaison cohérente (retard au début de la transformation au chauffage) avec le calcul Thermocalc. La technique de résistivité est donc considérée comme validée et utilisée pour suivre la transformation de phase du matériau tout au long de cette étude.

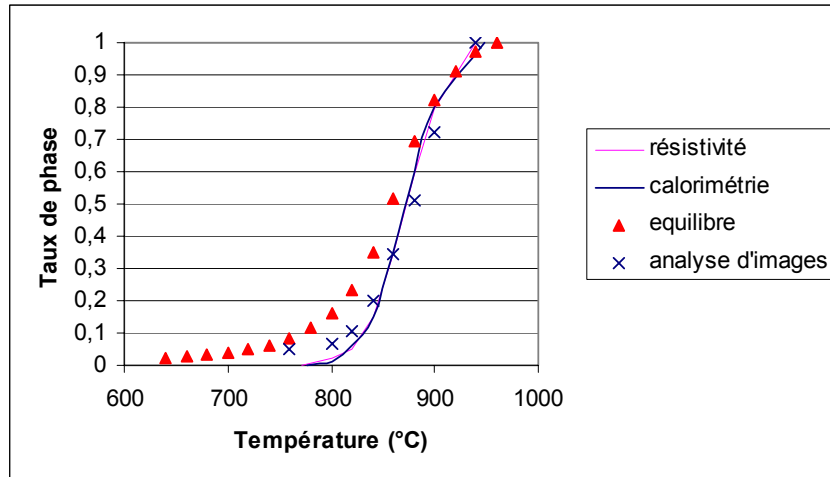


Figure III-20. Variation de taux de phase transformé en fonction de la température.

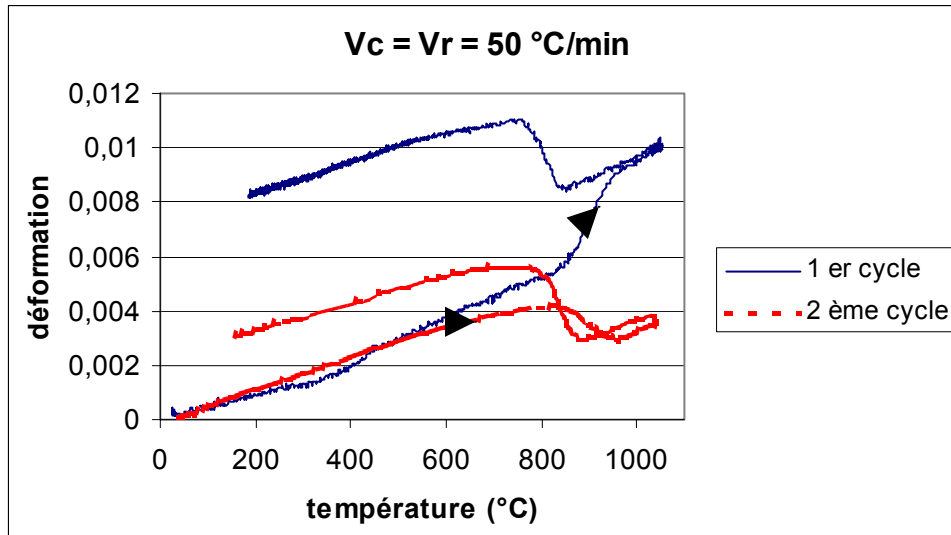
### III.3.1.5 Essais de dilatométrie

Les courbes de dilatométrie à charge nulle permettent aussi de visualiser la transformation de phase grâce à la variation de volume qu'elle provoque. Néanmoins, et à cause des effets de texture, cette technique n'a pas été utilisée pour déterminer les températures de transformation mais pour :

- calculer les coefficients de dilatation au chauffage et au refroidissement du Zr-1%NbO ;
- évaluer la déformation lors des essais de fluage ;
- évaluer la contribution de la déformation à la résistance électrique de la zone de mesure.

La figure II.21 présente deux courbes de dilatométrie. La première courbe correspond à un premier chauffage et la deuxième correspond à un deuxième chauffage consécutif au premier. Lors du premier chauffage, la transformation de phase se traduit par une extension du tube gaine suivant son axe alors que le changement de phase  $\alpha \leftrightarrow \beta$  produit une contraction volumique. Plusieurs raisons peuvent être invoquées pour expliquer ce phénomène. D'une part, une étude du CEA [BRA98] indique que, dans un matériau texturé, et c'est le cas des gaines, en fonction du sens de prélèvement de l'éprouvette, la transformation de phase peut se traduire au chauffage par une contraction ou une extension. Il semblerait donc que l'effet de texture puisse expliquer ce phénomène. Ceci

est confirmé lorsque l'on calcule à partir du mécanisme de Burgers [BUR34] la transformation d'un monocristal de zirconium alpha en zirconium bêta [FRE01]. Lors du deuxième chauffage la contraction accompagnant la transformation de phase est bien observée. En effet, il est connu qu'un traitement  $\beta$  efface en grande partie la texture initiale pour la rendre quasi isotrope ce qui explique cette contraction observée lors du deuxième chauffage.



**Figure III-21.** courbe de dilatométrie lors de deux chauffages consécutifs à 50 °C/min.

### III.3.2 Conclusions

- Ce chapitre nous a permis d'explorer les domaines de transformation des alliages du zirconium en particulier d'un alliage Zr-1 %NbO, le comportement mécanique de chaque domaine sera ensuite étudié dans les chapitres IV et V.
- Peu de données bibliographiques à la fois sur l'équilibre, les points de transformation et les microstructures obtenues.
- Nous avons validé la technique de la trempe four coupé pour les observations microstructurales tout au long de cette étude.
- Validation de la résistivité comme technique de suivi. Cette technique va être utilisée tout au long de l'étude pour suivre in situ les transformations de phase de l'alliage.
- Nous avons observé une asymétrie entre chauffage et refroidissement, notamment en dilatométrie (ce point sera détaillé au chapitre V).

## **CHAPITRE IV**

### **COMPORTEMENT EN FLUAGE ISOTHERME**



## IV.1 Comportement mécanique des alliages Zr-Nb : étude bibliographique

Peu de données sont disponibles (dans la littérature ouverte) sur le comportement à haute température ( $>500\text{ }^{\circ}\text{C}$  en traction et  $>650\text{ }^{\circ}\text{C}$  en fluage). Dans ce qui suit on détaillera en phase  $\alpha$  :

- le comportement des alliages Zr-Nb en traction à différentes températures ;
- la dureté de ces alliages à différents états métallurgiques ;
- leur comportement en fluage.

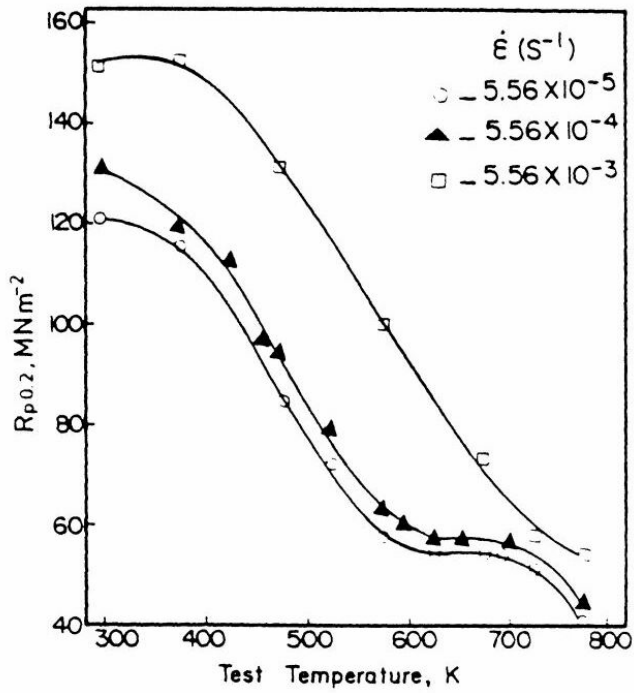
Puis on s'attachera à l'étude du comportement en fluage de ces alliages lorsqu'ils sont à l'état biphasé ( $\alpha + \beta$ ) et en phase  $\beta$ .

Hammad et coll. [HAM92], dans une étude sur les propriétés mécaniques d'un alliage Zr-1 %Nb, recuit sous vide à 843 K pendant 50 heures, ont étudié l'influence de la température sur la limite d'élasticité ( $R_{p0.2}$ ), la résistance maximale à la traction ( $R_m$ ) et l'allongement à rupture. Les essais ont été conduits sous atmosphère d'hélium.

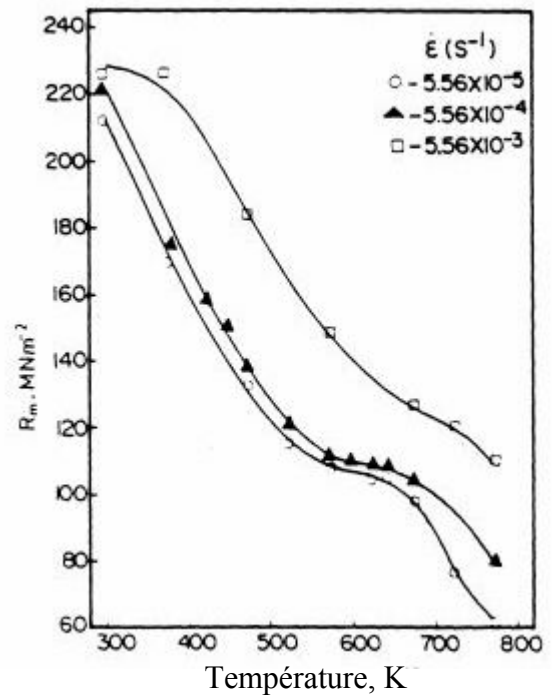
Les données rapportées sur la figure IV.1 montrent qu'à vitesse de déformation constante, la limite d'élasticité diminue lentement entre 300 et 450 K. Elle diminue plus rapidement entre 450 et 570 K, reste constante entre 570 et 700 K, mais diminue encore rapidement vers les plus hautes températures. Le même comportement est observé pour la résistance maximale à la traction (figure IV.2). Le plateau athermique entre 600 et 700 K (environ) correspond au minimum de ductilité ainsi qu'à une absence de sensibilité aux faibles vitesses de déformation ( $\approx 10^{-4}\text{ s}^{-1}$ ) (figure IV-3). Pour expliquer ce comportement on pense évidemment au vieillissement dynamique, donc à l'effet des interstitiels. La ductilité du matériau augmente avec la température jusqu'à atteindre une valeur maximale, puis diminue jusqu'à une valeur minimale et enfin augmente vers les hautes températures (figure IV.3). Elle reste toujours élevée ( $>35\%$ ) pour les vitesses de déformation considérées. D'après Hammad et coll. [HAM92], la température du minimum de ductilité diminue avec la vitesse de déformation et l'énergie d'activation correspondante au minimum de ductilité est de l'ordre de 271.6 kJ/mol.

La contrainte d'écoulement diminue avec l'augmentation de la température (figure IV.4), et augmente avec la vitesse de déformation (figure IV.5).

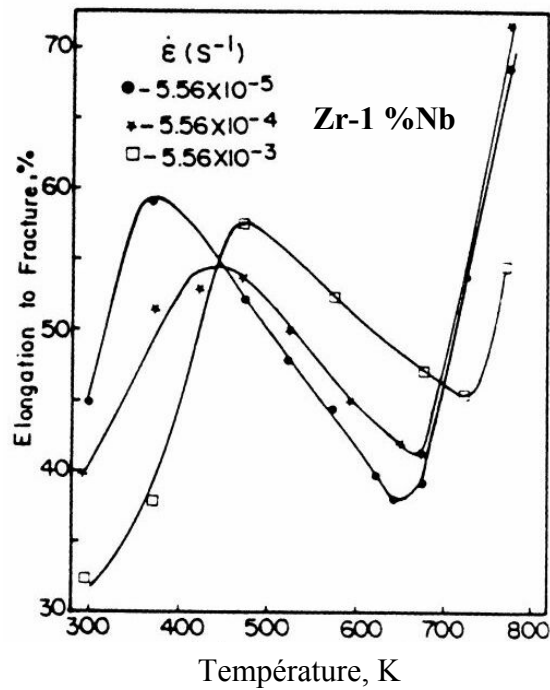
Holm et coll. [HOL77] ont étudié l'influence du taux de déformation et de la température d'un recuit ultérieur sur la variation de la dureté d'un alliage Zr-2.5 %Nb (figure IV.6). Un recuit à plus haute température conduit à une diminution plus lente de la dureté. Cette dernière évolue peu avec le recuit. De même que la pré déformation influence peu l'effet du recuit. L'augmentation de la dureté après recuit à  $750\text{ }^{\circ}\text{C}$  correspond au fait qu'à cette température la phase  $\beta$  contient une teneur élevée en Nb (de l'ordre de 7.5 %).



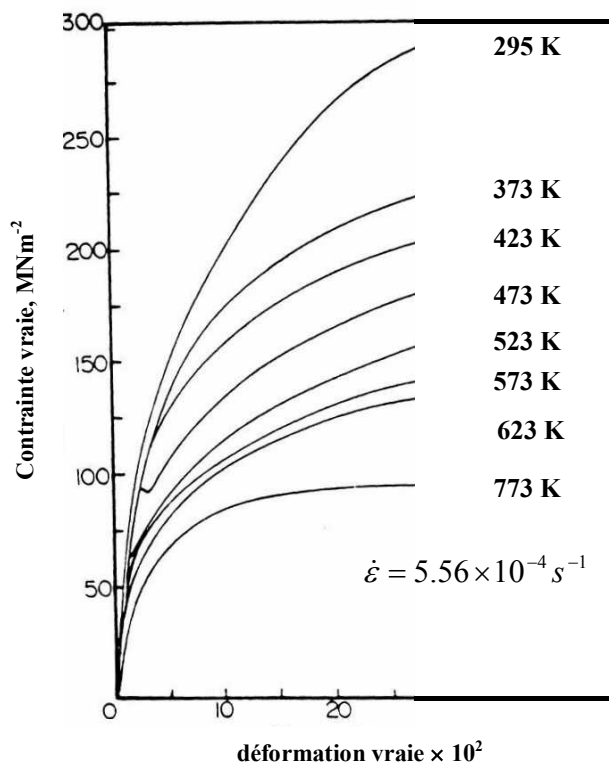
**Figure IV-1.** Variation de la limite d'élasticité en fonction de la température [HAM92].



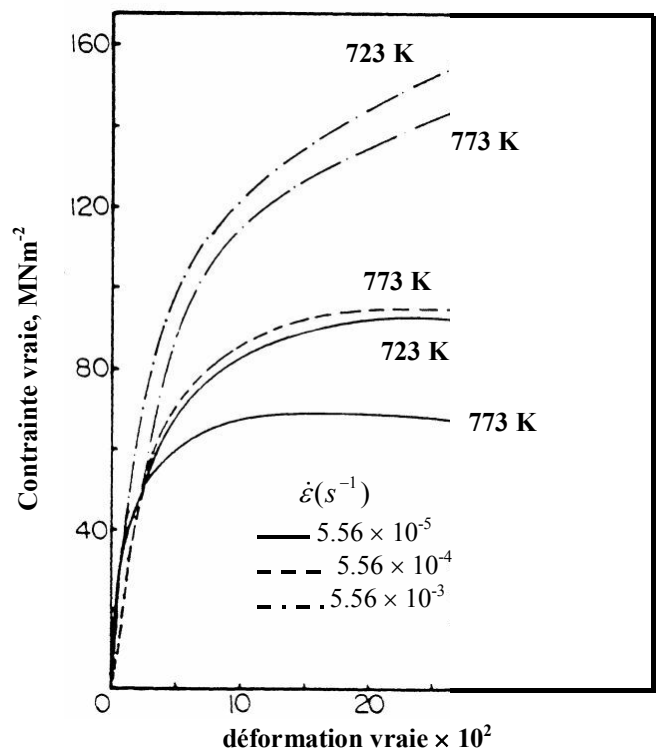
**Figure IV-2.** Variation de la résistance en fonction de la température [HAM92].



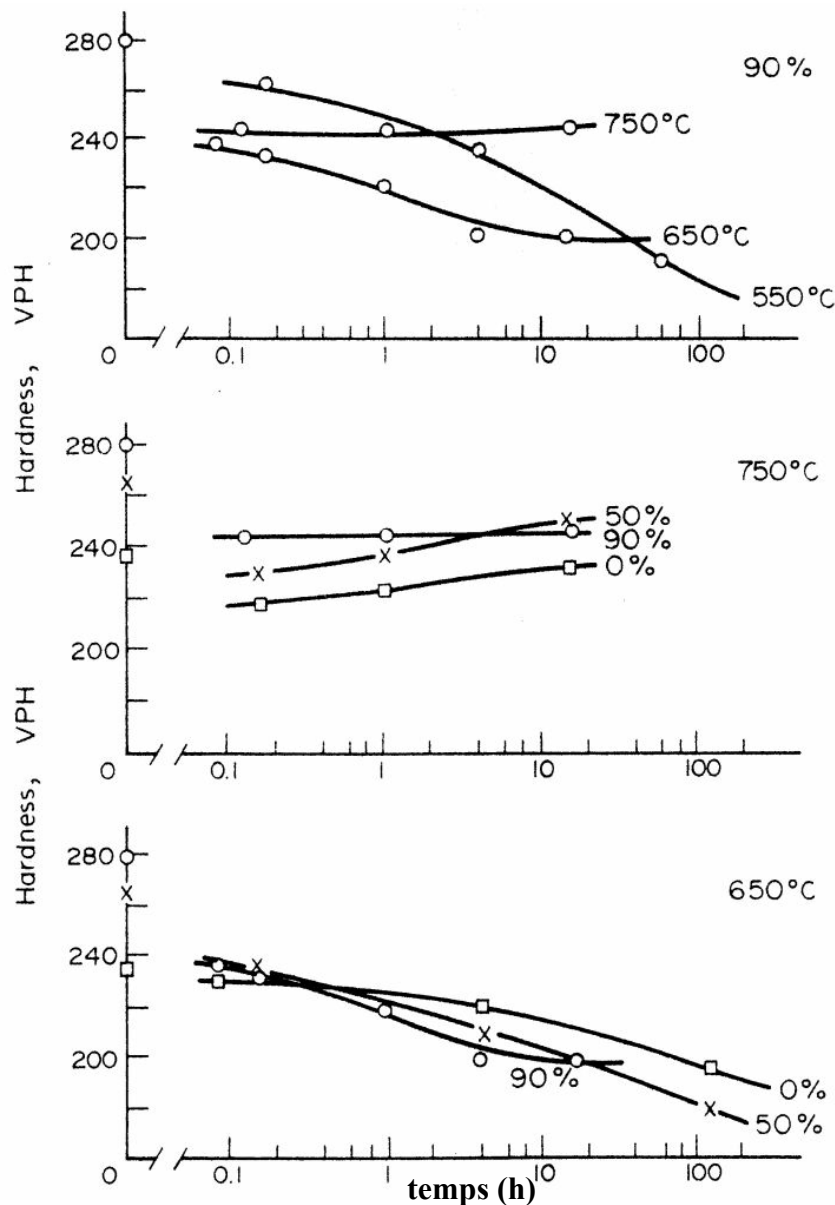
**Figure IV-3.** Variation de l'allongement à la rupture en fonction de la température [HAM92].



**Figure IV-4.** Contrainte vraie-déformation vraie à différentes températures [HAM92].



**Figure IV-5.** Effet de la vitesse de déformation sur la variation de la contrainte vraie en fonction de la déformation vraie [HAM92].



**Figure IV-6.** Variation de la dureté en fonction du taux de déformation et de la température de recuit après déformation pour un alliage Zr-2.5 %Nb [HOL76].

Murty et al. [MUR95] ont décomposé le comportement en fluage d'un alliage Zr-1 %Nb en quatre domaines (figure IV.7). Pour les faibles contraintes, les auteurs supposent que le fluage est régi par la diffusion intergranulaire (Nabarro-Herring ou Coble, exposant de la contrainte  $n = 1$ , domaine I), pour des contraintes intermédiaires, on aurait du fluage dislocations par diffusion de lacunes dans le réseau, ( $n = 3$ , domaine II), pour des contraintes plus élevées, le fluage se produirait par glissement et montée des dislocations ( $n = 7$ , domaines III et IV).

Prasard et al. [PRA89], ont identifié deux mécanismes de fluage dans le zirconium  $\alpha$  avec deux énergies d'activation correspondantes (figure IV.8), ( $Q_1 = 83.7$  kJ/mol pour  $T < 667$  °C, et  $Q_2 = 225$  kJ/mol pour  $T > 667$  °C).

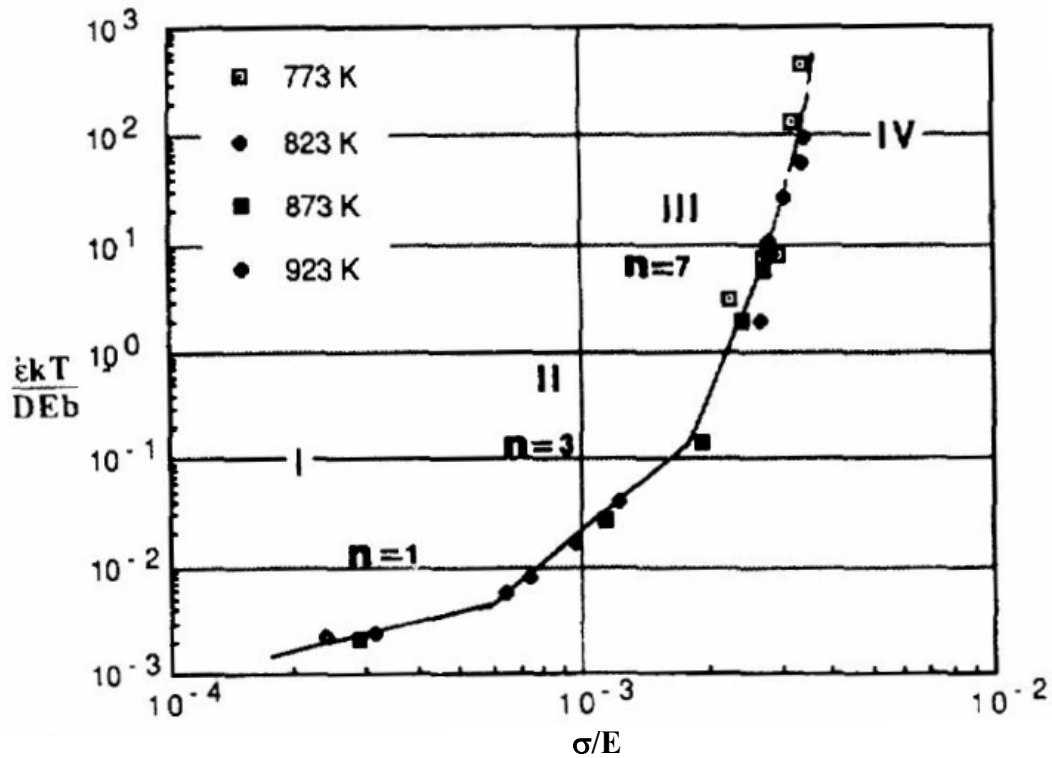
Il est cependant difficile de parler d'une énergie d'activation attachée à un mécanisme de comportement en fluage. En effet, dans la littérature, plusieurs auteurs rapportent des

valeurs d'énergie d'activation très différentes alors que le matériau est testé dans le même domaine de contrainte et de température et qu'on s'attendrait à l'existence du même mécanisme. Les valeurs varient ainsi de 88 à 315 kJ/mol [SAR82, HAY02, PRA89, PAH75, DON85, SHE84, PAH76, MAL82, CHR02, GIL69, STE92, SIN01, THO78, BER67].

Une loi de type Norton ( $\dot{\varepsilon} = \frac{A}{T} \sigma^n \exp(-\frac{Q}{RT})$ ) (IV-1) a été identifiée par plusieurs auteurs [MUR95, PAH73, BER67, WAD02, PRA89] pour décrire le comportement en fluage des alliages de zirconium (zirconium pur, zircaloy-4 et zirconium-niobium).

Avec :  $\dot{\varepsilon}$  : vitesse de déformation, A : constante à déterminer,  $\sigma$  : contrainte appliquée (MPa), n : paramètre de sensibilité à la contrainte, Q : énergie d'activation (kJ/mol), T : température (K), R : constante des gaz parfaits.

Pahutova et coll. [PAH76] ont étudié l'influence du niobium sur le comportement mécanique en fluage des alliages Zr-Nb. La figure IV.9 montre qu'à une température donnée, l'augmentation de la teneur en niobium entre 0 et 4.5 % (en poids) dans le zirconium diminue considérablement la vitesse de déformation de l'alliage.



**Figure IV-7.** Domaines de comportement en fluage en fonction de la contrainte et de la température [MUR95].

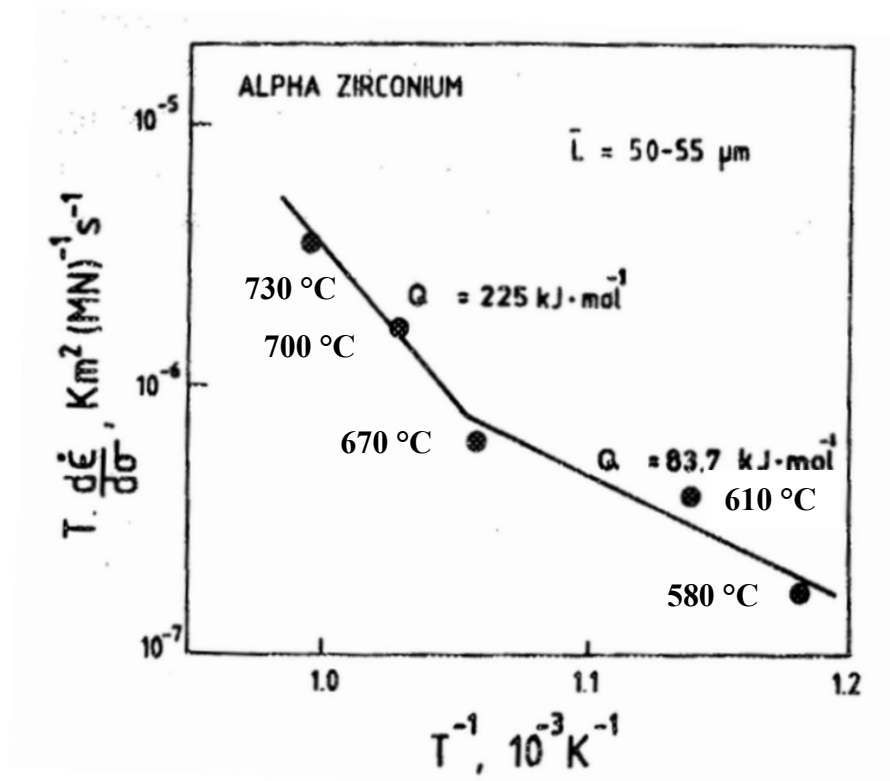


Figure IV-8. Variation de l'énergie d'activation en fonction de la température pour un zirconium  $\alpha$  (880 ppm d'oxygène) [PRA89].

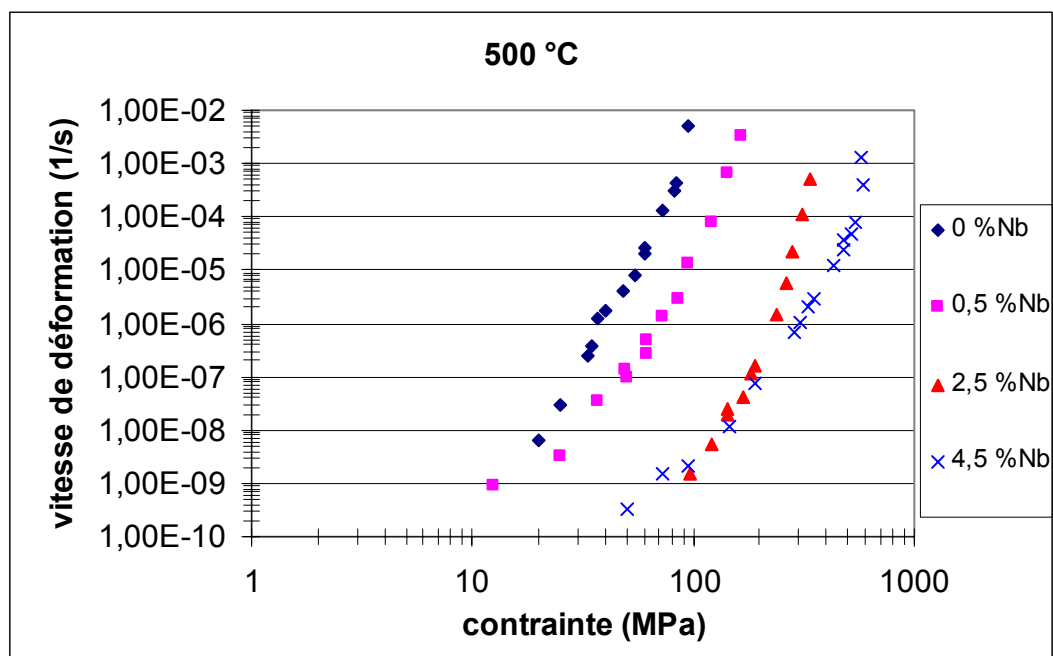
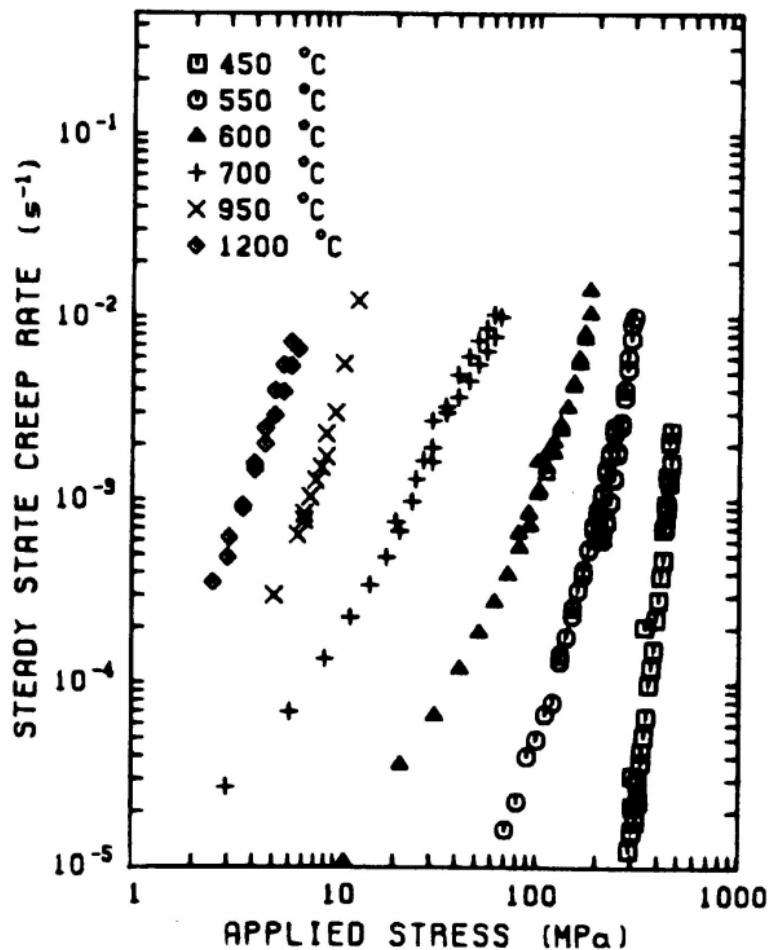


Figure IV-9. Influence du niobium sur le comportement en fluage des alliages Zr-Nb [PAH76].

Shewfelt et col. [SHE84] ont étudié le comportement mécanique en fluage d'un alliage Zr-2.5 %Nb contenant 600 ppm d'oxygène, à l'état monophasé  $\alpha$  et  $\beta$  et dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ). Cet alliage est en phase  $\alpha$  en dessous de 610 °C, à l'état biphasé ( $\alpha + \beta$ ) entre 610 et 925 °C, et en phase  $\beta$  au dessus de 925 °C [SHE84, SHE85]. Le comportement en fluage a été étudié entre 450 °C (phase  $\alpha$ ) et 1200 °C (phase  $\beta$ ). La figure VI-10 regroupe leurs résultats.

Entre 450 et 500 °C, les auteurs trouvent une valeur de  $n$  (exposant de l'équation de Norton) de 9, ce qui correspond à du fluage dislocations, l'énergie d'activation correspondante est de l'ordre de 300 kJ/mol. Entre 550 et 700 °C,  $n$  est de l'ordre de 2 (fluage diffusion) à faibles contraintes et entre 7 et 8 (fluage dislocations) à fortes contraintes, l'énergie d'activation varie de 240 kJ/mol à 320 kJ/mol. Entre 700 et 850 °C,  $n$  varie de 1.4 à 1.8 (fluage diffusion). Entre 950 et 1200 °C,  $n$  est de l'ordre de 3,4 (fluage dislocations), l'énergie d'activation correspondante varie de 155 à 180 kJ/mol.



**Figure IV-10.** Variation de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte appliquée dans le cas d'un alliage Zr-2.5 %Nb [SHE84].

## **Conclusions**

- Il existe peu de données bibliographiques concernant le comportement mécanique en phase  $\alpha$ , à l'état biphasé ( $\alpha + \beta$ ), et en phase  $\beta$  des alliages Zr-Nb. Il en est de même de l'effet de la microstructure sur ce comportement.
- Des valeurs d'énergie d'activation très diverses ont été rapportées. Cette grande diversité rend difficile le rapprochement entre l'énergie d'activation et le domaine de transformation ou contraintes appliquées.
- Cette étude bibliographique nous a cependant permis d'explorer le comportement en traction et en fluage de quelques alliages Zr-Nb dans le domaine  $\alpha$ , et en fluage dans les domaines ( $\alpha + \beta$ ) et  $\beta$ .



## IV.2 Mise en œuvre des essais de fluage

### IV.2.1 Description et conduite des essais

L'objectif de ces essais est d'étudier le comportement mécanique en fluage de l'alliage à haute température ainsi que l'effet de la microstructure et du changement de phase sur ce comportement.

Des centaines d'éprouvettes de gaines de combustible en Zr-1%NbO ont subi des essais de fluage isotherme dans leur direction axiale. Le dispositif expérimental utilisé est celui décrit au chapitre II. Tous les essais sont menés sous vide secondaire pour s'affranchir de l'effet de l'oxygène.

Plusieurs types d'essais de fluage isotherme ont été réalisés lors de cette étude :

- Fluage au chauffage dans :
  - a) le domaine monophasé  $\alpha$ .
  - b) le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ).
  - c) le domaine monophasé  $\beta$ .
- Fluage après traitement en phase  $\beta$  : en raison de la grande déformation du matériau dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ) (le matériau flue plus vite à faibles contraintes en biphasé qu'en phase  $\beta$ ). Nous avons étudié l'effet d'un passage en phase  $\beta$ , totalement ou partiellement, sur le comportement en fluage du matériau dans le domaine monophasé  $\alpha$  et biphasé ( $\alpha + \beta$ ). D'où la réalisation des essais suivants :
  - d) Fluage en phase  $\alpha$  après traitement à 100 % $\beta$ .
  - e) Fluage en biphasé ( $\alpha + \beta$ ) après traitement à 100 % $\beta$ .
  - f) Fluage en phase  $\alpha$  après traitement à 50 % $\beta$ .
  - g) Détermination de la température limite de traitement en phase  $\beta$  à partir de laquelle le matériau flue moins vite après retour en phase  $\alpha$ .

Pour des raisons de clarté nous allons développer ces points dans l'ordre suivant : a, c, b, d, f, g, et e.

Les températures d'essai retenues sont : de 650 à 760°C en phase  $\alpha$ , de 800 à 900°C à l'état biphasé ( $\alpha + \beta$ ), de 960 à 1100°C en phase  $\beta$ . Trois vitesses de chauffage ont été adoptées lors de ces essais, 50 °C/min pour les essais de fluage isotherme au chauffage ; cette vitesse est la vitesse de chauffage de base de la machine d'essai, 200 °C/min pour les essais de fluage isotherme au refroidissement pour pouvoir étudier l'effet de cette vitesse sur l'évolution microstructurale de l'alliage, et 300 °C/min pour les essais de fluage après traitement thermique en phase  $\beta$  pour étudier l'effet de la vitesse de chauffage sur les cinétiques de transformation (chapitre V). La charge est appliquée en quelques secondes, quelque soit son niveau. La cellule de charge a une capacité de 200 daN pour l'ensemble des essais (c'est à dire une contrainte maximale d'environ 125 MPa sur une gaine en fluage axial). Les incertitudes de mesure liées à la contrainte appliquée sont calculées en annexe 1.

L'essai de fluage est entamé lorsque la mesure fournie par le laser est stabilisée. Un maintien de 30 minutes (en raison du fort gradient thermique observé au début de maintien) à la température d'essai est suffisant pour stabiliser ce signal, il est donc systématiquement respecté au début des essais.

Une même éprouvette est testée à différentes charges au cours d'un même essai. Elle subit des charges constantes par paliers croissants. La charge est augmentée après une

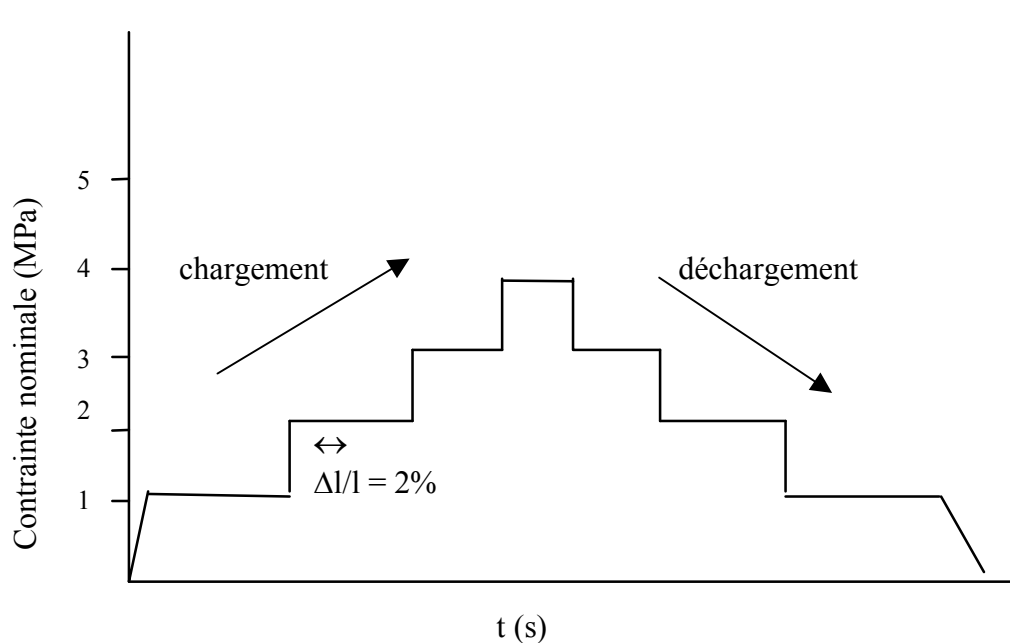
déformation de 2 % pour les essais en phase  $\alpha$ , en biphasé ( $\alpha + \beta$ ), et en phase  $\beta$  ; et après une déformation  $< 2$  % pour les essais de fluage, après traitement en phase  $\beta$ , dans le domaine  $\alpha$  et les essais du fluage au refroidissement dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ), après passage en phase  $\beta$ . Pour vérifier que les effets d'histoire ne sont pas trop prononcés, les mêmes charges sont ensuite appliquées de manière décroissante.

Pour chaque domaine, un seul essai a été réalisé par température, sauf dans le domaine biphasé où pour les essais à fortes contraintes, nous avons repris chaque essai à partir de la dernière contrainte appliquée dans les essais à faibles contraintes. En effet, on teste une gamme étendue de contraintes et on ne veut ni perdre le signal (déplacement des drapeaux) ni épuiser la ductilité du matériau. On commence donc par un essai à faibles contraintes et on utilise une deuxième éprouvette pour les essais à fortes contraintes. Nous avons préféré mener un essai par température mais à des températures rapprochées (tous les 20 °C).

La figure IV.11 montre l'allure du cycle thermomécanique utilisé pour ces essais de fluage isotherme. Les incertitudes concernant les résultats numériques présentés ici sont données en annexe 1.

Après chaque essai de fluage, les éprouvettes ont été trempées par coupure du four. Elles ont ensuite été observées sur coupes polies et attaquées en microscopie optique et en microscopie électronique à balayage.

Pour cela, les échantillons du Zr-1%NbO sont polis mécaniquement (polissage au papier SiC jusqu'au grade 1200, puis diamant jusqu'à 1  $\mu\text{m}$ ), et attaqués dans les conditions citées au chapitre II.

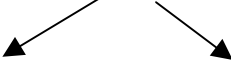


**Figure IV-11.** Schéma du cycle thermomécanique d'un essai de fluage.

### IV.2.2 Dépouillement des résultats

Les essais de fluage sont dépouillés en déformation vraie ( $\varepsilon(t) = \ln(l/l_0)$ ) et en contrainte vraie ( $\sigma(t) = F/S(t)$ ) (hypothèse d'incompressibilité  $\sigma = \frac{F}{s_0} \cdot \frac{l}{l_0}$ ).

Le signal électrique (tension) est traité en tenant compte de la déformation (chapitre III).

$$\frac{U}{U_0} = \frac{\rho}{\rho_0} \frac{l^2}{l_0^2} \quad (IV-2)$$


Contribution de la  
résistivité

Contribution de la  
déformation

$$\text{D'où : } \frac{\rho}{\rho_0} = \frac{U}{U_0} \frac{l^2}{l_0^2} \quad (IV-3)$$

### IV.3 Comportement en fluage isotherme au chauffage

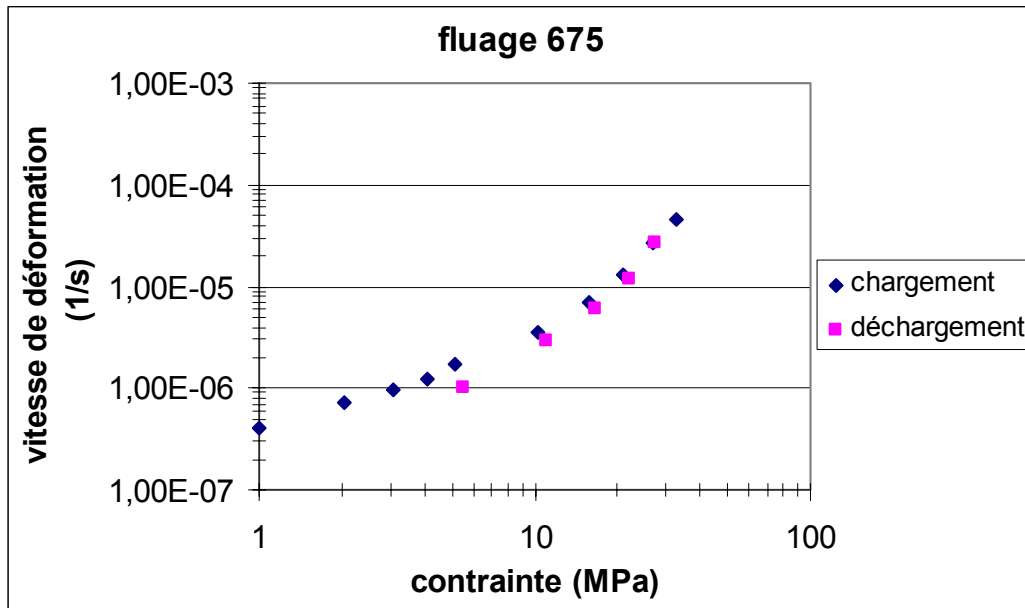
On présentera successivement les résultats obtenus en phase  $\alpha$ , en phase  $\beta$ , et dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ).

#### IV.3.1 Comportement en fluage en phase $\alpha$ au chauffage

##### IV.3.1.1 Résultats expérimentaux

Lors de cette étude, on ne s'intéresse qu'à l'analyse des vitesses de fluage secondaire.

La figure IV.12 représente la variation de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte appliquée au chargement et au déchargement à 675 °C. D'après cette figure, nous constatons un léger effet d'histoire pour les faibles contraintes. Cette figure montre également l'importance du dépouillement en contrainte vraie puisque, du fait de la déformation importante atteinte lors de ces essais, une même charge appliquée n'induit pas les mêmes contraintes en début et fin d'essai.



**Figure IV-12.** Variation de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte appliquée

#### Détermination des paramètres de l'équation de Norton

##### • Calcul de l'exposant $n$

On voit que pour des contraintes supérieures à 15 MPa (figure IV.12), le logarithme de la vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}$  varie linéairement avec le logarithme de la contrainte appliquée  $\sigma$ . La variation de  $\dot{\epsilon}$  avec  $\sigma$  s'écrit donc sous la forme d'une loi puissance :

$$\dot{\epsilon} = B \sigma^n \quad (\text{IV-4})$$

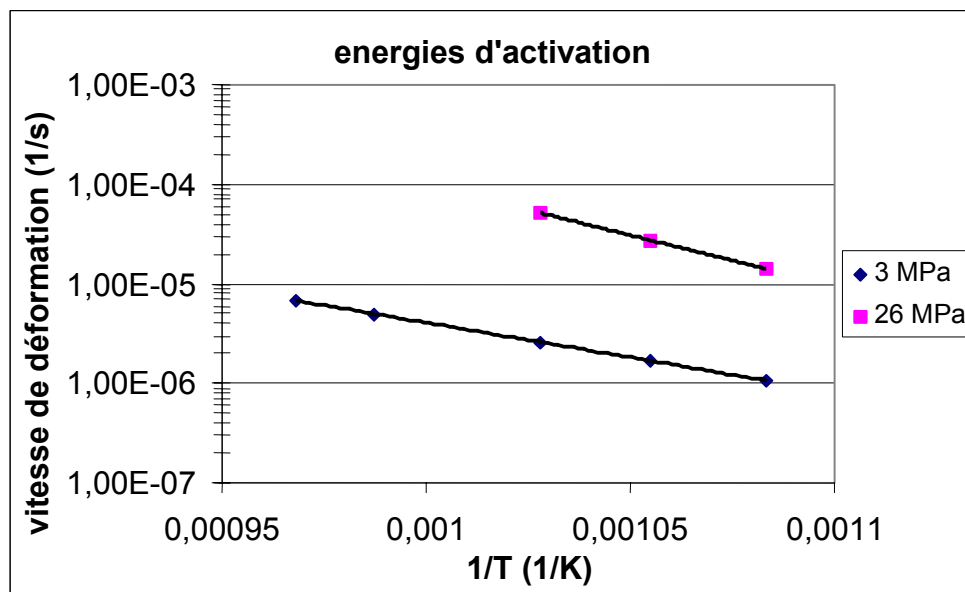
La pente de la courbe  $\ln(\dot{\epsilon}) / \ln(\sigma)$  sur la figure ci-contre donne  $n \cong 4$  pour les fortes contraintes. Pour les faibles contraintes ( $< 15$  MPa),  $n \cong 1$ .

Deux régimes de fluage sont donc identifiés en phase  $\alpha$  : un régime de fluage diffusion à faibles contraintes ( $\sigma \leq 15$  MPa, et  $n \cong 1$ ), et un régime de fluage dislocations à fortes contraintes ( $\sigma \geq 15$  MPa, et  $n \cong 4$ ). Ces mécanismes sont proposés sur la base des valeurs de  $n$ .

##### • Calcul de l'énergie d'activation

La figure IV.13 représente l'évolution de  $\ln(\dot{\epsilon})$  en fonction de  $1/T$  pour deux contraintes : faibles contraintes ( $\sigma = 3$  MPa) et fortes contraintes ( $\sigma = 26$  MPa). La droite obtenue suggère que la dépendance de la vitesse de déformation envers la température peut être correctement décrite par une loi d'Arrhénius. La pente de cette droite permet de calculer l'énergie d'activation thermique correspondante :  $Q_1 = 194$  kJ/mol (fortes contraintes :  $\sigma \geq 15$  MPa), et  $Q_2 = 133$  kJ/mol (faibles contraintes  $\sigma \leq 15$  MPa).

S. Fréchet [FRE01] avait trouvé une énergie de 316 kJ/mol pour des contraintes supérieures à 10 MPa dans le cas d'une étude concernant le Zircaloy-4. Il est difficile d'expliquer cette différence en raison d'une grande variété de résultats dans la littérature.



**Figure IV-13.** Variation de la vitesse de déformation en fonction de 1/T pour deux contraintes différentes.

D'après les travaux d'Ashby et Frost [ASH82], la valeur de  $n = 4$  permet d'opter pour un mécanisme de fluage piloté par le glissement et la montée de dislocations. Dans les équations ci dessous,  $Q$  représente l'énergie d'activation thermique. Ils proposent la loi suivante pour  $\dot{\epsilon}$  :

$$\dot{\epsilon} = \frac{A}{T} \sigma^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (\text{IV-5})$$

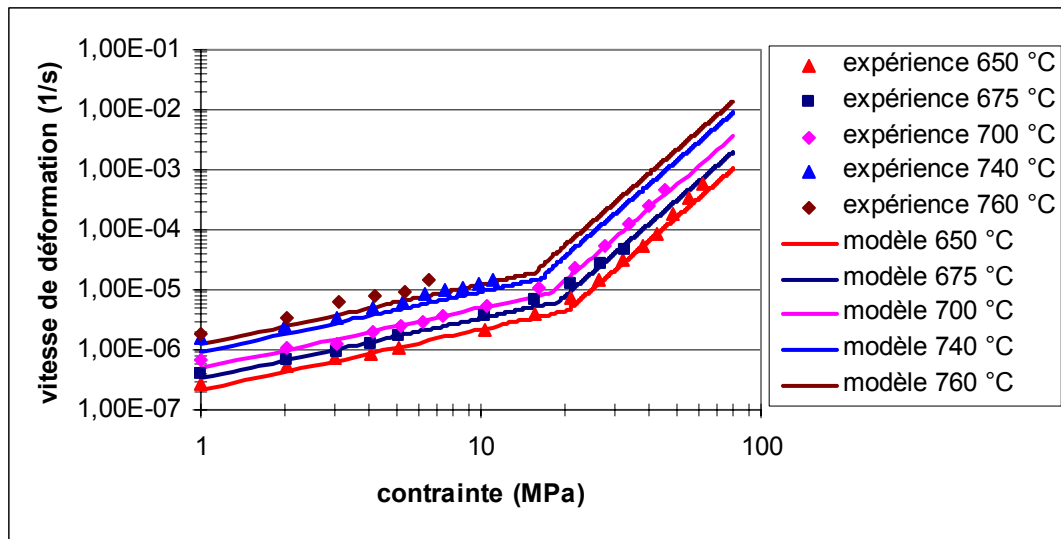
Nos résultats à  $\sigma > 15$  MPa sont bien décrits par l'expression suivante (avec  $\sigma$  en MPa et  $T$  en K) :

$$\dot{\epsilon} = \frac{2.28 \cdot 10^3}{T} \sigma^4 \cdot \exp\left(-\frac{194000}{RT}\right) \quad (\text{IV-6})$$

Toutefois, cette description n'est pas bonne pour des contraintes inférieures à 15 MPa environ. En dessous de cette valeur, il semble que la pente des courbes  $\ln(\dot{\epsilon})$  en fonction de  $\ln(\sigma)$  diminue pour se rapprocher de 1. Ce domaine de fluage correspond à du fluage par diffusion, probablement intergranulaire ou interphase. L'énergie d'activation thermique correspondant à ce domaine de fluage est de 133 kJ/mol. Le domaine des faibles contraintes est ainsi décrit par la loi :

$$\dot{\epsilon} = \frac{6.78 \cdot 10^3}{T} \sigma^1 \cdot \exp\left(-\frac{133000}{RT}\right) \quad (\text{IV-7})$$

La figure IV.14 montre la bonne description des résultats expérimentaux par les lois proposées.

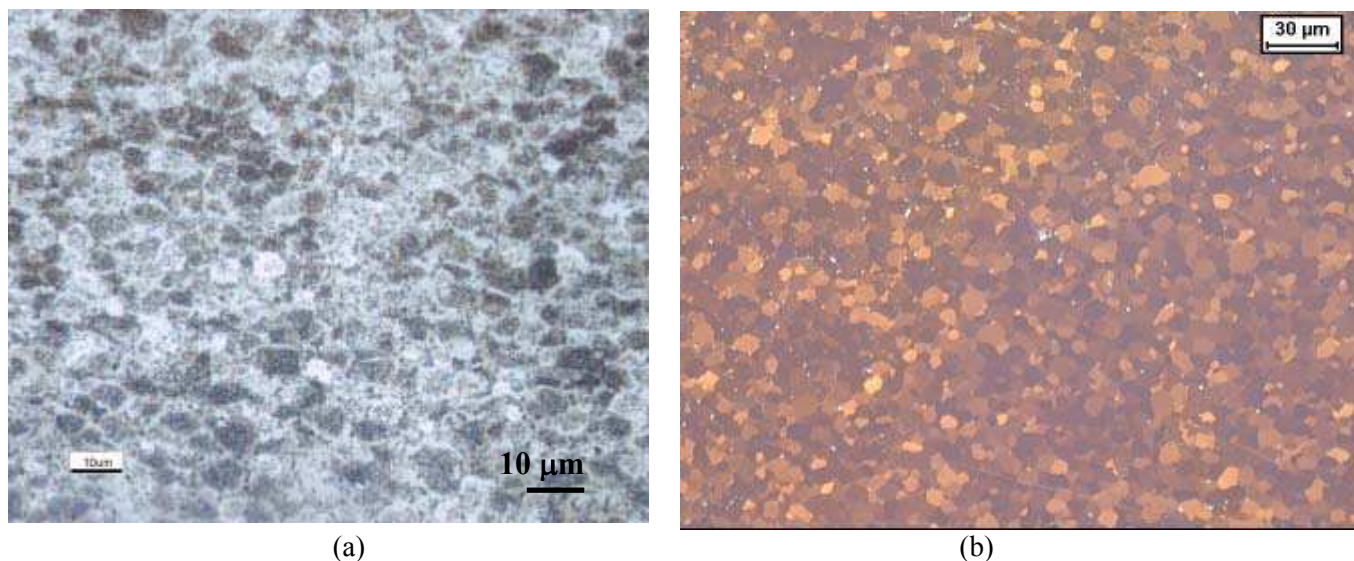


**Figure IV-14.** Comparaison des résultats expérimentaux avec le modèle de fluage établi dans le domaine monophasé  $\alpha$ .

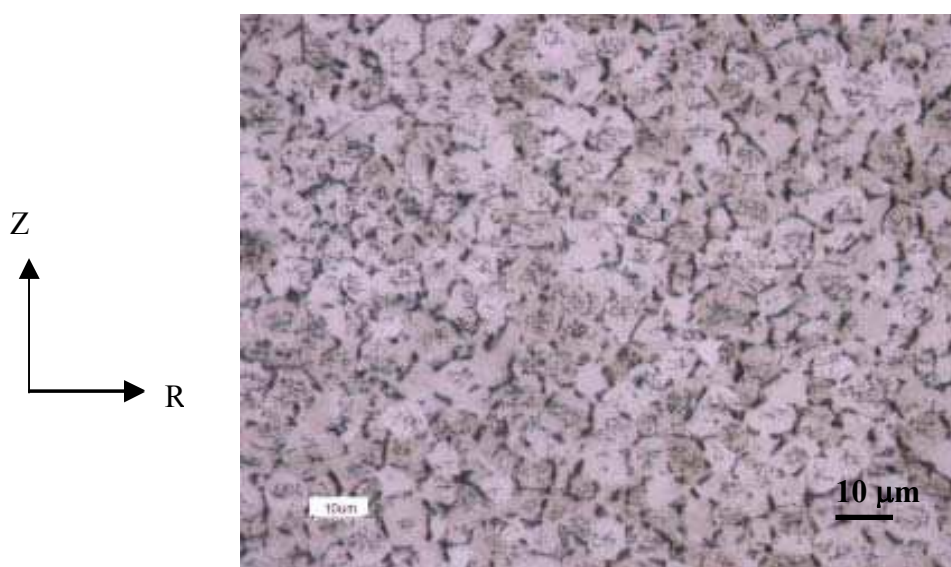
#### IV.3.1.2 Analyse micrographique

Pour la révélation des microstructures d'échantillons qui ont subi un essai de fluage en phase  $\alpha$ , deux attaques chimiques ont été adoptées : une attaque à base d'acide fluorhydrique (chapitre II) (attaque 1), et une attaque en polissant l'échantillon sur un drap contenant une solution d'OPS - acide fluorhydrique (attaque 3) (CEA).

Les figures IV.15a et IV.15b montrent les deux micrographies correspondant aux deux attaques chimiques respectives. La figure IV.15a montre une petite difficulté à révéler les joints de grains  $\alpha$  à 650 °C, ce qui n'est pas le cas de la figure IV.15b où on voit bien les contours des joints de grains  $\alpha$  à la même température, ce qui nous amène à utiliser plutôt l'attaque 3 pour révéler les microstructures entre 650 °C et 740 °C. La taille des grains est de l'ordre de 5 à 10  $\mu\text{m}$  dans ce domaine de température (elle varie peu par rapport à l'état initial). La difficulté de révéler les joints de grains  $\alpha$  (en utilisant l'attaque 1) diminue au fur et à mesure que la température de l'essai de fluage augmente. En effet, à 760 °C, les contours des joints de grains deviennent plus visibles. Lors de ce traitement (figure IV.16), les joints de grains commencent à devenir « épais », signe que la formation de la phase  $\beta$  débute de fait aux joints de grains  $\alpha$ . En effet, la température de début de transformation donnée par les techniques de résistivité et de calorimétrie est de l'ordre de 770 °C, cet épaississement des joints est sûrement dû à la croissance d'une très faible proportion de la phase  $\beta$  sous la forme d'un film intergranulaire. En presque trois heures (durée de l'essai) à 760 °C, la phase  $\beta$  est présente au-delà de la proportion détectable par résistivité ( $< 5\%$ ). La microstructure de l'alliage dans ce domaine est formée de grains  $\alpha$  plus un peu de  $\beta$  ( $\beta_{\text{Zr}}$  issue de la transformation  $\beta_{\text{Nb}} \rightarrow \beta_{\text{Zr}}$  non détectable par résistivité).



**Figure IV-15.** Micrographie d'un échantillon après un essai de fluage à 650 °C (12 heures).  
 (a) : attaque 1  
 (b) : attaque 3



**Figure IV-16.** Micrographie d'un échantillon après un essai de fluage à 760 °C (4 heures) ;  
 α en clair, β en sombre (attaque 1).

## IV.3.2 Comportement en fluage en phase β au chauffage

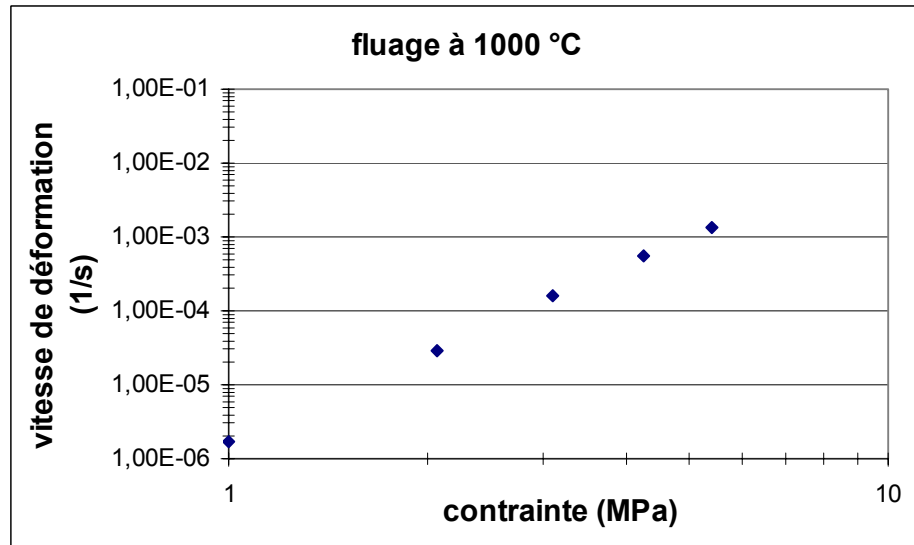
### IV.3.2.1 Résultats expérimentaux

La figure IV.17 donne l'ensemble d'une courbe contrainte / vitesse de déformation pour un essai de fluage à 1000 °C, caractéristique de l'ensemble des courbes recueillies. La figure IV.18 montre les résultats expérimentaux sur les vitesses de fluage stationnaires obtenues en phase β. Il y apparaît que les courbes  $\ln(\dot{\epsilon})$  en fonction de  $\ln(\sigma)$  sont des droites (de pente  $n = 4.3$ ). L'énergie d'activation est de 142 kJ/mol (figure IV.19). Ces différents éléments conduisent à utiliser une loi puissance pour décrire l'évolution de  $\dot{\epsilon}$  :

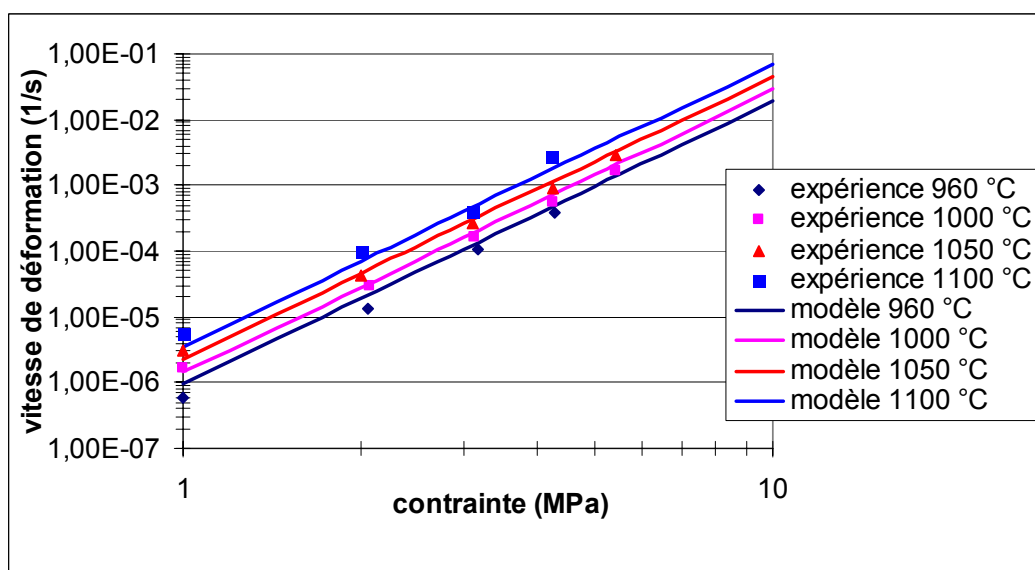
$$\dot{\varepsilon} = \frac{1.23 \times 10^3}{T} \sigma^{4.3} \cdot \exp\left(-\frac{142000}{RT}\right) \quad (\text{IV-8})$$

La figure IV.18 montre que ce modèle décrit très bien nos résultats expérimentaux. D'après la valeur de l'exposant de la contrainte, le mécanisme de déformation est probablement du fluage par glissement et montée de dislocations avec diffusion en volume. Pour un écart de 50 °C entre deux températures, la vitesse de déformation augmente à peu près de 50 %. Cet alliage flue très vite en phase  $\beta$  : 0.2 % par seconde sous 4 MPa à 1100 °C, d'où le dispositif extensométrique sans contact utilisé pour les essais.

Il n'apparaît ici qu'un seul régime de fluage (il n'y a pas de changement de pente sur la figure IV.18).

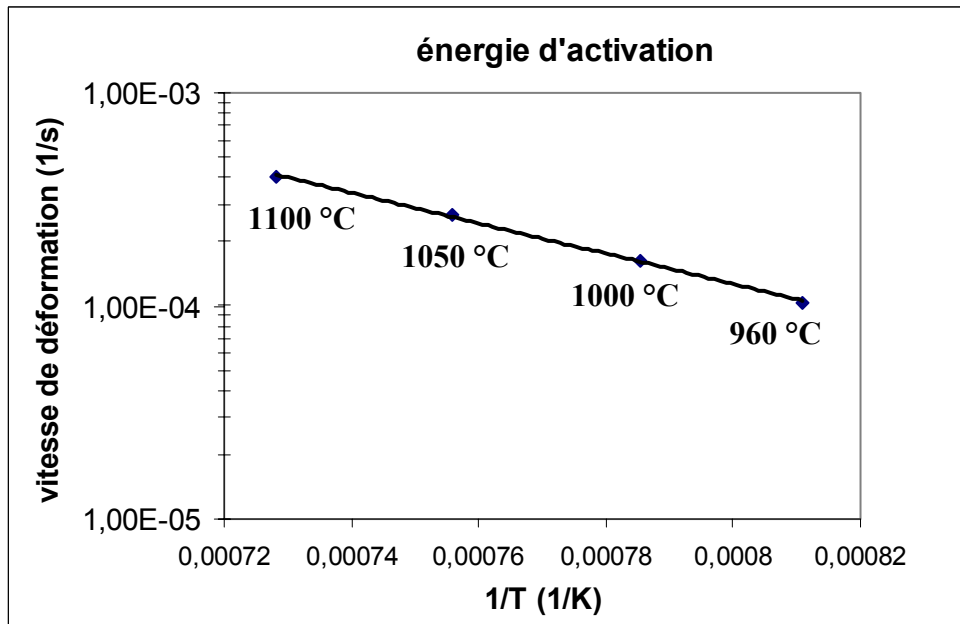


**Figure IV-17.** Variation de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte appliquée à 1000 °C.



**Figure IV-18.** Comparaison entre les résultats expérimentaux et le modèle du fluage établi dans le domaine monophasé  $\beta$ .





**Figure IV-19.** Variation de la vitesse de déformation en fonction de  $1/T$  pour une contrainte  $\sigma = 4$  MPa.

#### IV.3.2.2 Analyse micrographique

Dans ce domaine de température (entre 960 et 1100 °C), le matériau est complètement transformé (figures IV.20 et IV.21). Le grain  $\beta$  a énormément grossi (taille supérieure à 100  $\mu\text{m}$ ). Nous observons qu'au refroidissement la microstructure est sous forme de lattes  $\alpha + \beta$  résiduelle sous forme de films interlattes. Une analyse au microscope électronique à balayage sur des répliques extractives a montré que ces films interlattes  $\beta$  sont riches en Nb (de l'ordre de 13 à 16 %Nb dans les lattes).



**Figure IV-20.** Micrographie d'un échantillon après un essai de fluage à 960 °C (2 heures), (phase  $\alpha$  en clair,  $\beta$  résiduelle en foncé, attaque1, microscopie optique).



**Figure IV-21.** Micrographie d'un échantillon après un essai de fluage à 1100 °C (1heure), (même conditions d'observation).

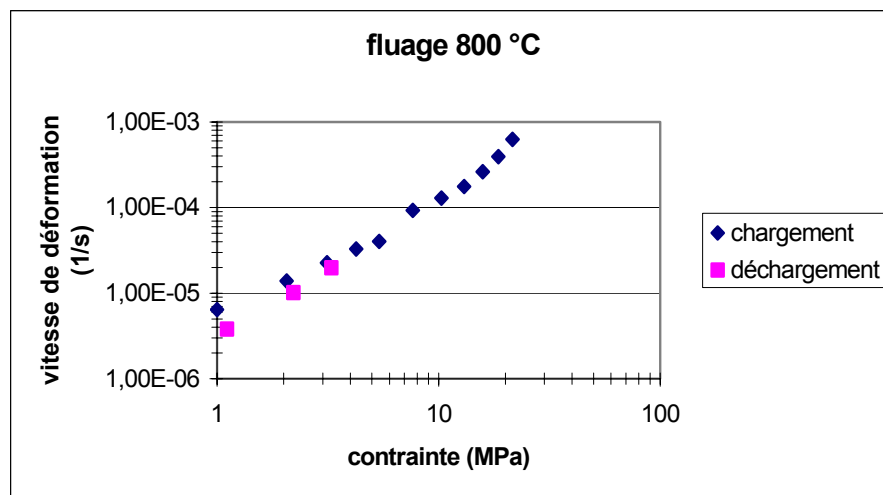
### IV.3.3 Comportement en fluage dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ) au chauffage

#### IV.3.3.1 Résultats expérimentaux

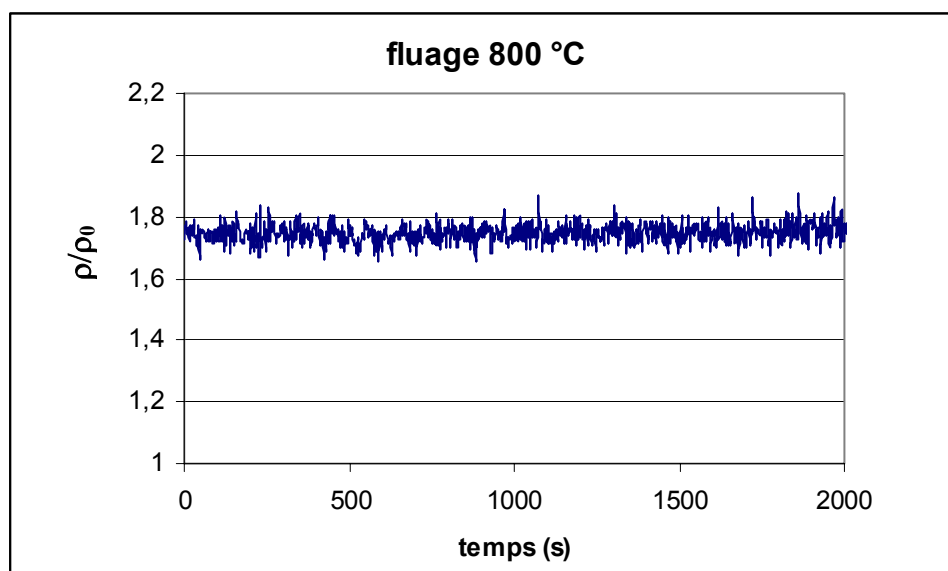
Les températures et fractions de phase transformées ont été déterminées in situ par la technique de résistivité (validée au chapitre III). Nous avons pris le soin de balayer un large domaine de température allant du tout début de la transformation (800 °C, 5 % de transformation) jusqu'à l'achèvement quasi total de cette dernière (900 °C, 90 % de transformation) pour bien étudier le couplage transformation de phase / comportement en fluage, de l'alliage Zr-1%NbO.

La figure IV.22 rapporte un exemple de courbe contrainte / vitesse de déformation au chargement et au déchargement pour un essai de fluage à 800 °C, caractéristique de l'ensemble des courbes obtenues. Comme dans le cas du fluage en phase  $\alpha$ , nous constatons un léger effet d'histoire pour les faibles contraintes. Les essais à fortes contraintes ( $\sigma > 5$  MPa) ont été réalisés indépendamment (sans déchargement) des essais à faibles contraintes ( $\sigma \leq 5$  MPa), en raison de la grande vitesse de déformation du matériau dans ce domaine de température. Deux éprouvettes ont été utilisées, une pour chaque domaine de contrainte exploré. Les résultats obtenus avec les deux éprouvettes pour la même contrainte sont très cohérents (peu d'effets d'histoire). La figure IV.23, illustrant la variation de la résistivité (dépouillée en retirant ce qui est lié à la déformation) en fonction du temps pour un essai de fluage à 800 °C, montre que la fraction de phase transformée reste inchangée tout au long du maintien à la température de l'essai. D'après la figure IV.24 rapportant l'évolution de la vitesse de déformation en fonction de l'inverse de la température, il est difficile de déterminer une énergie d'activation unique dans le domaine de contraintes explorées. Un seul mécanisme de fluage est identifié dans ce domaine ( $n \cong 1.4$ ). Il s'agit sans doute du fluage diffusion, probablement aux interfaces  $\alpha/\beta$ . Vu l'impossibilité de déterminer une énergie d'activation, les données expérimentales sont décrites par des lois puissance  $\dot{\epsilon} = A\sigma^n$  (tableau IV.1), avec  $A = A(T)$

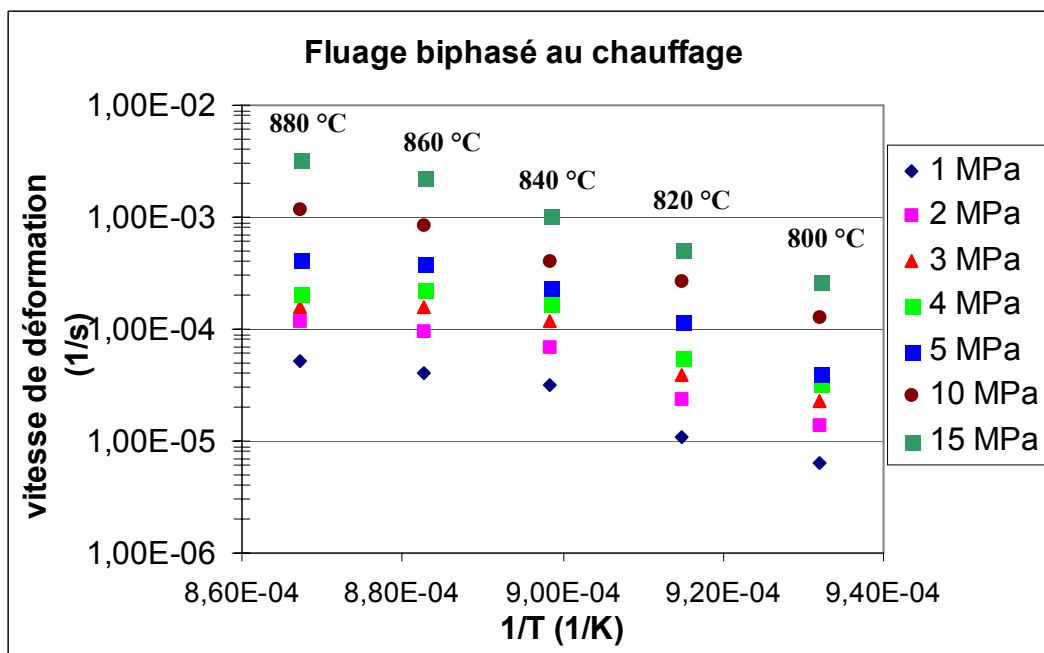
<b>Tableau IV-1.</b> Description des résultats expérimentaux de fluage par une loi $\dot{\varepsilon} = A\sigma^n$						
T (°C)	800	820	840	860	880	900
A (T)	$5 \times 10^{-6}$	$8 \times 10^{-6}$	$3 \times 10^{-5}$	$3 \times 10^{-5}$	$4 \times 10^{-5}$	$4 \times 10^{-5}$
n (T)	1.4	1.5	1.3	1.4	1.5	1.3
% $\beta$ (résistivité)	4	13	30	50	76	90



**Figure IV-22.** Variation de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte appliquée.

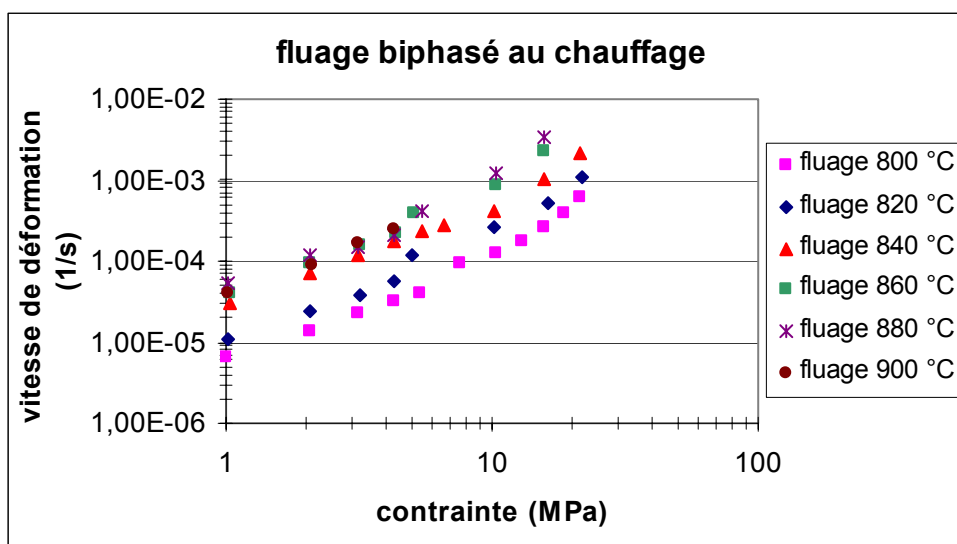


**Figure IV-23.** Evolution de la résistivité en fonction du temps au cours d'un essai de fluage à 800 °C.



**Figure IV-24.** Evolution de la vitesse de déformation en fonction de  $1/T$  pour différentes contraintes appliquées dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ).

L'effet de la température est moins notable dans le domaine biphasé que dans le domaine monophasé  $\alpha$  (figure IV.25), en particulier entre 860 et 900 °C. Cependant, nous observons une augmentation importante de la vitesse de déformation entre 820 °C et 840 °C. Cet effet est probablement dû au fait qu'entre ces deux températures le phénomène de percolation de la phase  $\beta$  est apparu. Ce phénomène est mis en évidence par des essais de dissolution sélective, comme on va le montrer par la suite.



**Figure IV-25.** Variation de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte appliquée dans le domaine biphasé.

### IV.3.3.2 Analyse micrographique

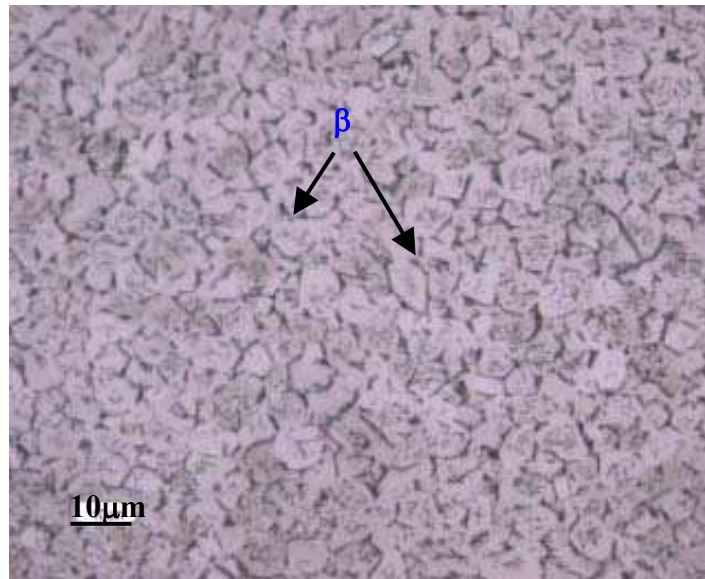
Pour étudier l'influence de la microstructure et du changement de phase sur le comportement mécanique en fluage du Zr-1%NbO dans le domaine biphasé, nous avons pris le soin de bien examiner toutes les microstructures résultantes. Le sens de prélèvement des échantillons est le même que dans le cas du fluage  $\alpha$  et  $\beta$ .

Le tableau IV.2 résume les températures ainsi que le taux de phase  $\beta$  transformée (mesuré par résistivité au début d'essai, et par analyse d'images en fin d'essai) lors des essais de fluage dans le domaine ( $\alpha + \beta$ ).

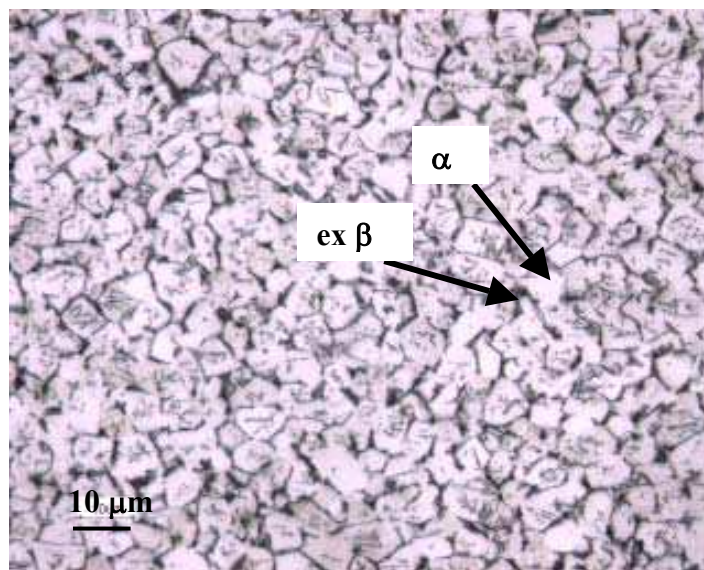
<b>Tableau IV-2. Comparaison entre les taux de phase mesurés par résistivité et par calorimétrie</b>						
T (°C)	800	820	840	860	880	900
% $\beta$ (résistivité)	4	13	30	50	76	90
% $\beta$ (analyse d'images)	3	9	27	45	68	81

À 800 °C, le taux de phase  $\beta$  transformée calculé par résistivité est de 4 %. En effet sur la micrographie de l'échantillon qui a subi un essai de fluage à cette température (figure IV.26), on voit une nouvelle phase qui commence à se former aux joints de grains  $\alpha$ . Ainsi, même au tout début de la transformation, nous arrivons à déceler la présence de la phase  $\beta$ . Ceci permet de confirmer que les vitesses de refroidissement obtenues avec le four coupé sont suffisantes pour figer la microstructure obtenue après quelques heures d'essais. Nous constatons qu'il y a un bon accord entre le taux de phases calculé par analyse d'images et celui calculé par résistivité au chauffage dans tout le domaine biphasé (tableau IV.2). À 880 °C et à 900 °C, l'écart observé est probablement dû à la difficulté d'isoler la phase  $\beta$  transformée (trop élevée) par analyse d'images (l'ex  $\beta$  est de l' $\alpha$  en lattes dont une partie est difficile à distinguer de  $\alpha$  non transformée, en termes de niveaux de gris).

À 820 °C, la phase  $\beta$  transformée est bien visible aux joints de grains  $\alpha$  (figure IV.27). On peut dire que la phase  $\beta$  commence à germer aux joints de grains  $\alpha$  pour croître ensuite dans les grains. A noter que la phase  $\beta$  résiduelle, présente initialement dans l'alliage, ne semble pas constituer de site privilégié de formation de la nouvelle phase  $\beta$  au cours du chauffage.



**Figure IV-26.** Micrographie d'un échantillon après un essai de fluage à 800 °C (70 minutes, attaque 1 ).

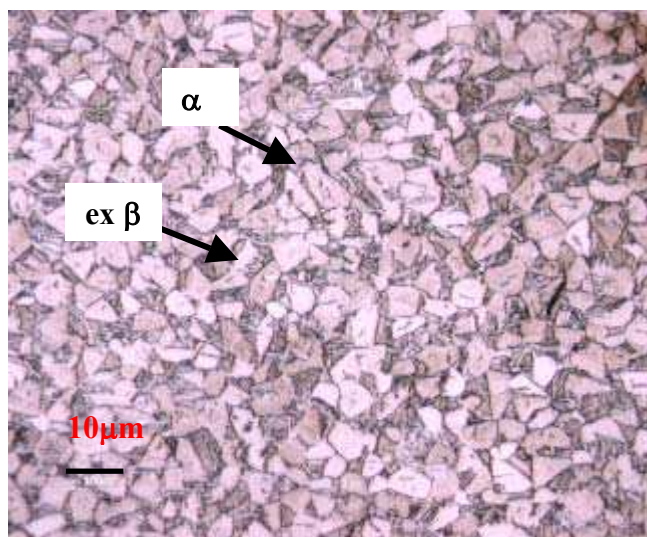


**Figure IV-27.** Micrographie d'un échantillon après un essai de fluage à 820 °C (62 min, attaque 1).

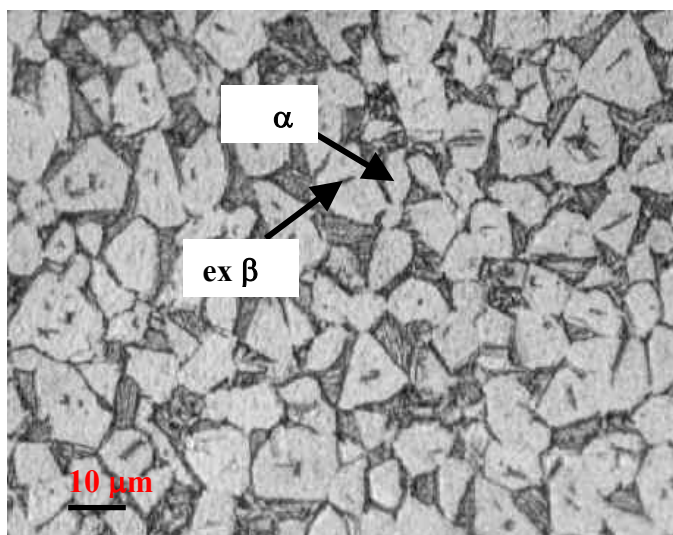
À 840 °C , la phase  $\beta$  transformée est très visible après trempe sous forme de  $\alpha$  en lattes (ex  $\beta$ ). Elle commence à se former aux joints de grains  $\alpha$  pour former ensuite un grain  $\beta$  plus équiaxe (figure IV.28a).

À 860 °C (figure IV.28b), la taille et le taux de phase  $\beta$  augmentent par rapport au traitement à 840 °C. Le grain  $\alpha$  a, lui aussi, grossi.





(a)



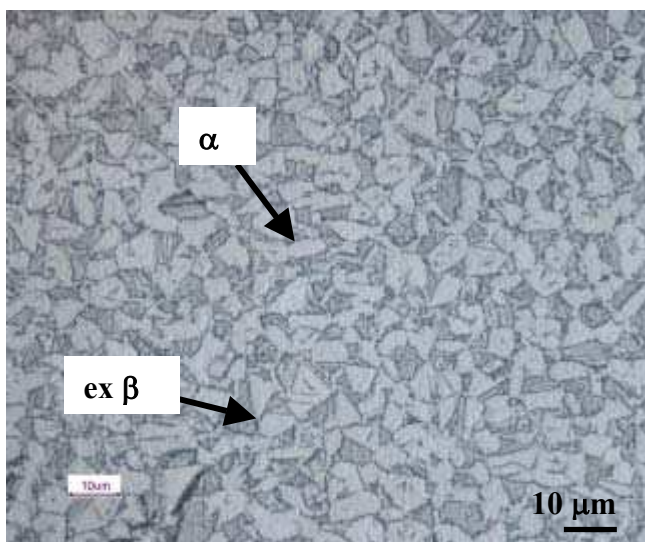
(b)

**Figure IV-28.** Micrographies d'un échantillon après un essai de fluage dans le domaine biphasé (attaque 1).

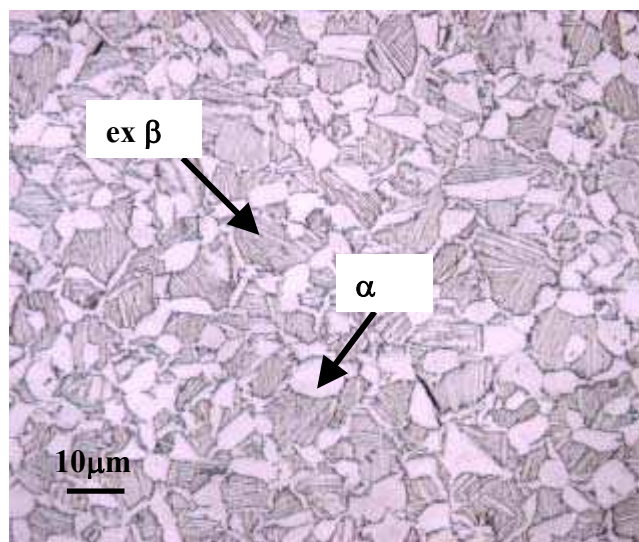
(a) : fluage à 840 °C (55 min), (b) : fluage à 860 °C (50 min).

À 880 °C, le taux de la phase  $\beta$  est de l'ordre de 70 % (figure IV.29a). Le grain  $\beta$  a grossi (il peut dépasser les 10  $\mu\text{m}$ ). A cette température, la phase  $\alpha$  ne percole probablement plus et cela permet au grain  $\beta$  de grossir en étant moins confiné par le grain  $\alpha$ .

À 900 °C, la phase  $\beta$  se présente sous forme de lattes qui entourent les grains  $\alpha$  (figure IV.29b). La phase  $\beta$  qui a commencé à germer dans les joints de grains au début de la transformation (à 800 °C) a tendance à croître dans les grains  $\alpha$  en fin de transformation.



(a)



(b)

**Figure IV-29.** Micrographies d'un échantillon après un essai de fluage dans le domaine biphasé (attaque 1).

(a) : fluage à 880 °C (44 min), (b) : fluage à 900 °C (37 min) .

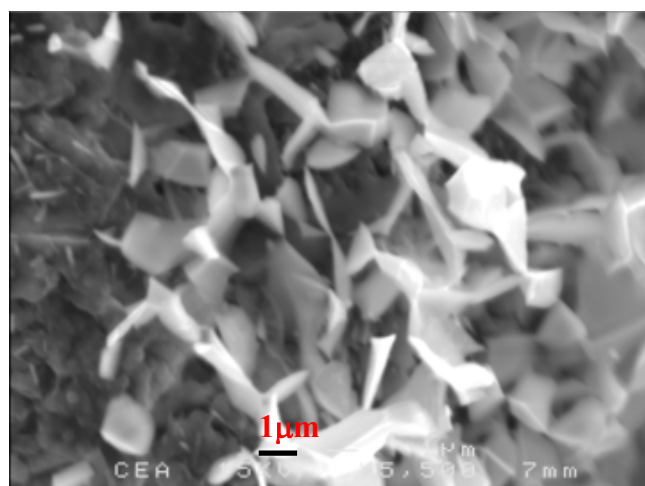
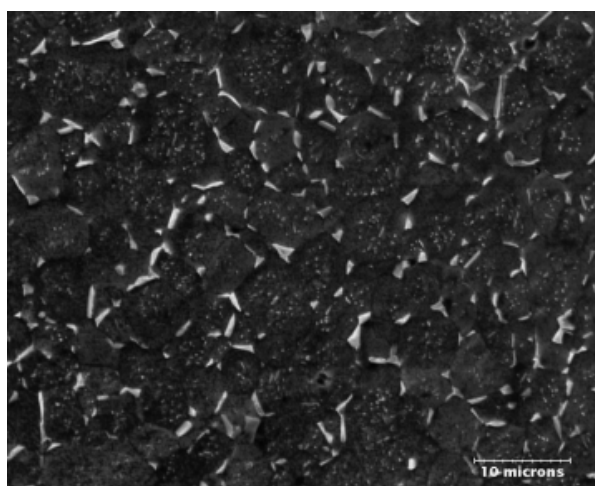
Pour expliquer l'augmentation brutale de la vitesse de déformation dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ) entre 820 °C et 900 °C, des essais de dissolution sélective ont été menés.

Chaque échantillon analysé a été attaqué (par voie électrolytique pendant 1 min 30 secondes) et observé avant d'être dissous. Ensuite ce même échantillon est dissous (pendant 15 à 20 min) et les résidus sont filtrés et observés au MEB. Cela nous a permis de comparer les métallographies de l'échantillon à l'état massif et après dissolution sélective. Les éprouvettes ont ainsi été analysées après fluage dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ).

Les figures IV.30 à IV.41 représentent les micrographies MEB des échantillons qui ont subi un essai de fluage entre 800 et 900 °C avant et après dissolution.

- **Fluage à 800 °C**

Nous voyons sur la micrographie des résidus de dissolution que la percolation de la phase  $\beta$ , qui est sous forme d'un film intergranulaire très fin, commence à avoir lieu à partir de cette température. D'où l'augmentation de la vitesse de déformation en fluage isotherme. En effet, la phase  $\beta$  est une phase molle qui favoriserait le fluage du matériau. Notons toutefois que la percolation concerne non seulement la phase  $\beta$  elle-même, mais aussi les interfaces  $\alpha/\beta$  qui, au vu du faible exposant de la loi de Norton dans le domaine biphasé ( $n = 1$ ) pourraient être le siège de glissements favorisant également la déformation en fluage.



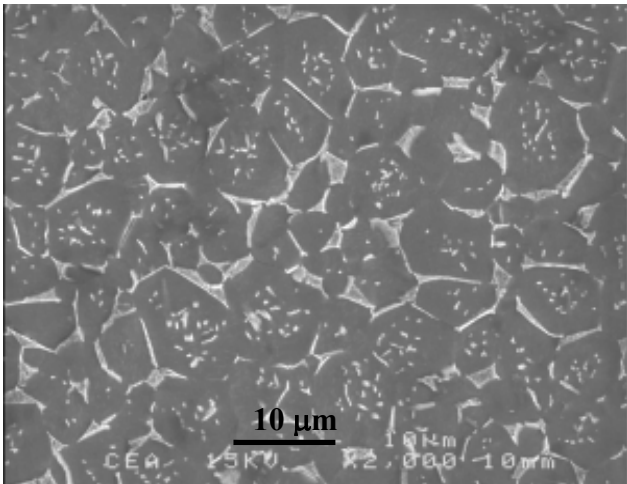
**Figure IV-30.** Echantillon massif (800 °C).

**Figure IV-31.** Résidus de dissolution (800 °C).

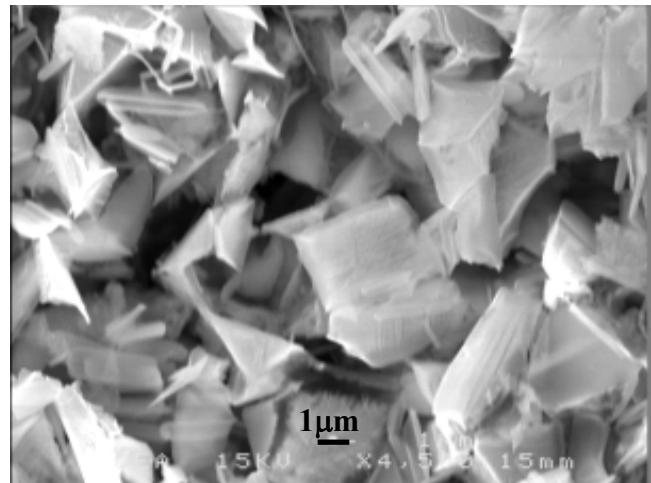
- **Fluage à 820 °C**

À 820 °C, la percolation de la phase  $\beta$  est très visible et plus importante que dans le cas à 800 °C. À cette température on observe aussi que la phase  $\beta$  intergranulaire a tendance à absorber le Nb, d'où redissolution de la phase  $\beta$  au cœur des grains. Cette dernière aura tendance à disparaître près des joints de grains au fur et à mesure que la température augmente.





**Figure IV-32.** Echantillon massif (820 °C).



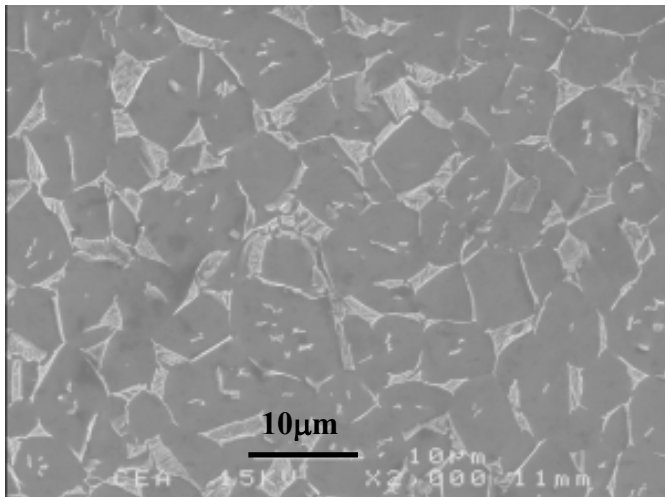
**Figure IV-33.** Résidus de dissolution (820 °C).

- **Fluage à 840, 860, 880 et 900 °C**

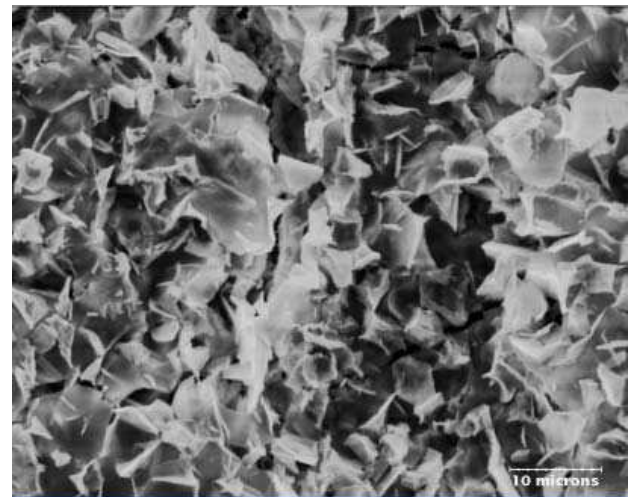
À partir de 840 °C la percolation de la phase  $\beta$  est totale. La phase  $\beta$  intragranulaire disparaît aux dépens de la phase  $\beta$  intergranulaire, qui commence à s'épaissir : on passe de films à des grains massifs.

Lors de ces essais de dissolution on ne dissout que  $\alpha$  équiaxe : «  $\beta$  transformée » n'est pas davantage dissoute que «  $\beta$  non transformée » sans doute à cause de sa teneur en Nb relativement élevée.

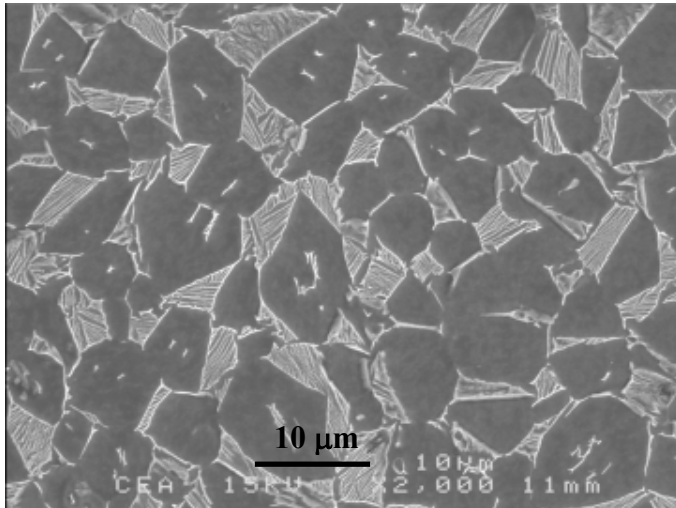
Ces essais de dissolution nous ont permis d'interpréter l'augmentation de la vitesse de déformation en fluage entre 820 °C et 900 °C. En effet cette augmentation est due au phénomène de percolation de la phase  $\beta$  qui favorise le fluage.



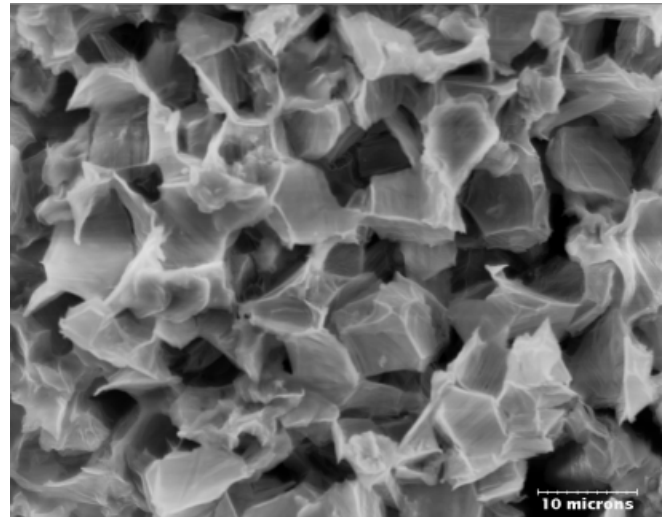
**Figure IV-34.** Echantillon massif (840 °C).



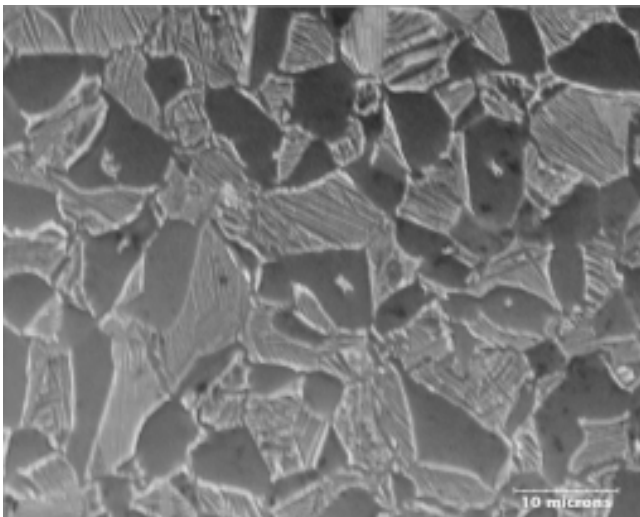
**Figure IV-35.** Résidus de dissolution (840 °C).



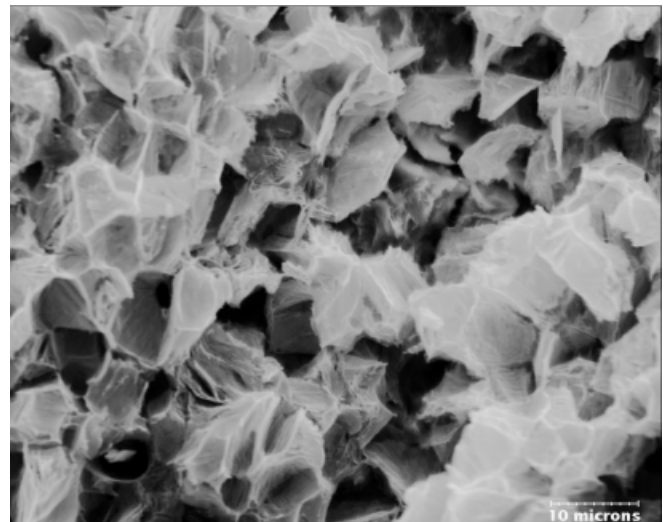
**Figure IV-36.** Echantillon massif (860 °C).



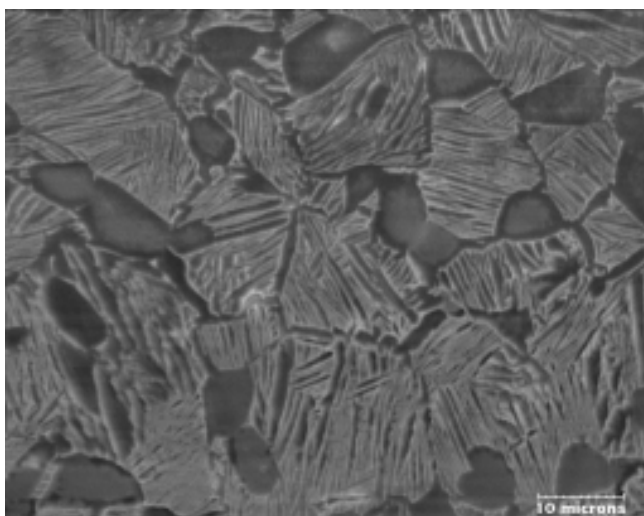
**Figure IV-37.** Résidus de dissolution (860 °C).



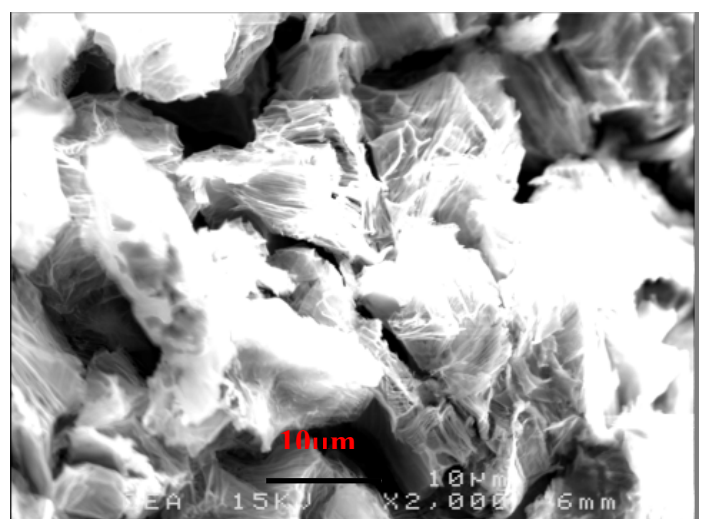
**Figure IV-38.** Echantillon massif (880 °C).



**Figure IV-39.** Résidus de dissolution (880 °C).



**Figure IV-40.** Echantillon massif (900 °C).



**Figure IV-41.** Résidus de dissolution (900 °C).

- **Conclusions sur les essais de dissolution sélective**

- Les comportements électrochimiques de  $\alpha$  équiaxe et  $\alpha$  bainitique sont différents : on visualise bien l'ex  $\beta$  dans les résidus de dissolution.
- Ces essais de dissolution nous ont permis de bien interpréter l'augmentation de la vitesse de déformation en fluage entre 820 °C et 900 °C. En effet cette augmentation est due au phénomène de percolation de la phase  $\beta$  et des interfaces  $\alpha/\beta$  qui favorise le fluage.
- La géométrie 3D de la phase  $\beta$  est à noter. Il s'agit de feuillets plus au moins percolés jusqu'à 900 °C.

- **Conclusions sur les essais de fluage isotherme au chauffage**

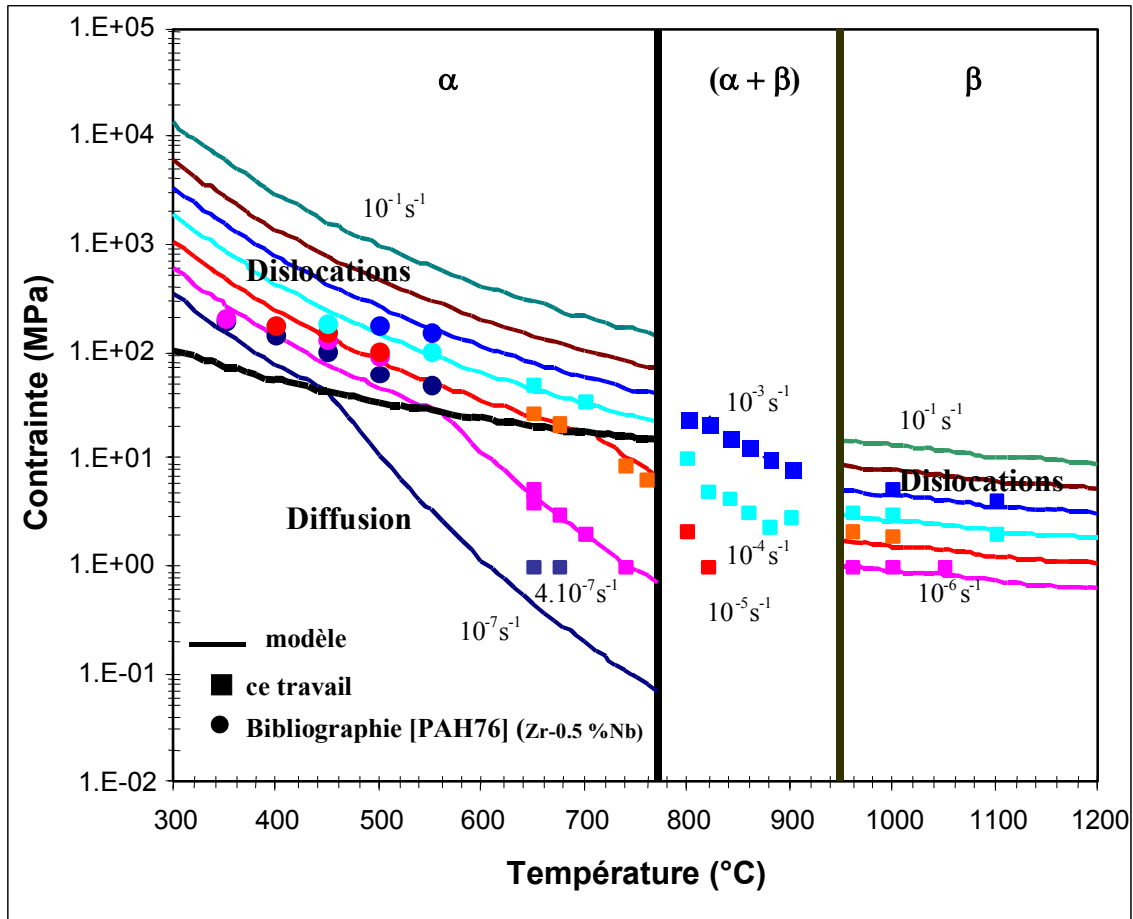
Les essais de fluage ont permis de dégager les résultats suivants :

- En phase  $\alpha$ , fortement majoritaire dans le domaine de température compris entre 650 °C et 760 °C, on distingue deux types de loi de fluage de Norton. À faible contrainte ( $\sigma \leq 15$  MPa), l'exposant de la loi de fluage est proche de 1 et l'énergie d'activation voisine de 130 kJ/mol. À plus forte contrainte, l'exposant est proche de 4 et l'énergie d'activation est voisine de 200 kJ/mol.
- En phase  $\beta$ , dans le domaine de température exploré, entre 960 °C et 1100 °C, l'exposant de la loi de Norton est proche de 4 et l'énergie d'activation est voisine de 140 kJ/mol. Ces valeurs ont été obtenues pour des vitesses de fluage correspondant à des contraintes appliquées relativement faibles ( $\sigma < 6$  MPa) ;
- Dans le domaine biphasé, l'exposant de la loi de Norton est proche de 1,4. Dans tout le domaine de contraintes exploré ( $\sigma < 30$  MPa), il n'est pas possible de déterminer une valeur unique de l'énergie d'activation (une bosse est observée dans ce domaine de température à faibles contraintes). La vitesse de fluage semble être accélérée dans le domaine de température où la phase  $\beta$  percole dans la matrice  $\alpha$ .

#### IV.3.4 Carte de déformation

Cette étude a permis de décrire le comportement en fluage des gaines de combustible en Zr-1%NbO entre 650 et 1100°C. En fonction des domaines de température et de contrainte, différents mécanismes de fluage ont été proposés et des lois d'évolution de la vitesse de déformation en fonction de la température et de la contrainte ont été écrites. Pour résumer l'ensemble de ces résultats, une représentation classique est une carte des mécanismes de déformation : il s'agit de représenter dans un plan température/contrainte les lignes iso-vitesse de déformation. À partir des lois de fluage que nous avons établies dans les domaines monophasés  $\alpha$  et  $\beta$ , nous avons tracé une telle carte. Les résultats expérimentaux obtenus dans le domaine biphasé ont aussi été reportés sur cette carte (figure IV.42) [KAD04].

Grâce aux résultats expérimentaux de fluage d'un alliage Zr-0.5%Nb relevés dans la littérature [PAH76], nous avons pu étendre largement le domaine de température de la carte de déformation.



**Figure IV-42.** Carte de déformation pour le fluage axial isotherme du Zr-1%NbO [KAD04].

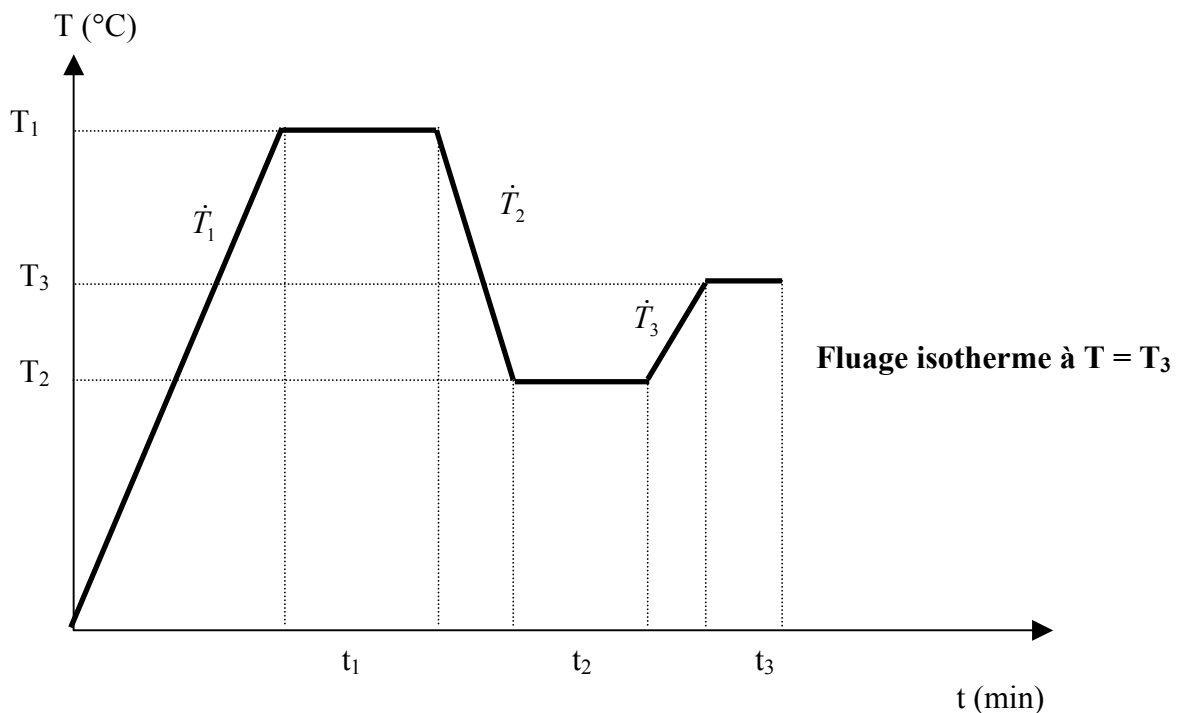
Les lignes représentent des iso-vitesses de déformation axiale ( $\times 10$  d'une ligne à la ligne supérieure).

#### IV.4 Comportement mécanique en fluage $\alpha$ après traitement thermique en phase $\beta$ ou ( $\alpha + \beta$ )

On a montré l'influence considérable de la microstructure sur le comportement en fluage dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ). L'examen attentif des résultats rapportés à la figure IV-42 montre que le matériau flue plus vite dans le domaine biphasé que dans le domaine  $\beta$  à faibles contraintes. En effet, d'après la carte d'Ashby, le matériau flue à  $10^{-4}\text{s}^{-1}$  pour une contrainte plus basse à 880 °C qu'à 960 °C, il y a donc une sensibilité inverse à la température, pour les très faibles contraintes, entre la fin du domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ) et le domaine  $\beta$ . Le domaine biphasé flue ainsi plus vite que ne le laisserait supposer l'extrapolation des lois de fluage de chacune des deux phases prises séparément. Ces observations soulignent l'effet important de la microstructure. Nous avons cherché à consolider ces résultats relatifs à l'effet de la microstructure en modifiant considérablement la structure de la phase  $\alpha$  suite à un traitement en phase  $\beta$ . Les résultats correspondants font l'objet de cette partie.

##### IV.4.1 Description des essais

La figure IV.43 indique précisément le cycle thermique appliqué : il s'agit d'essais de fluage après traitement thermique en phase  $\beta$  ou en ( $\alpha + \beta$ ). Il consiste à passer par la phase  $\beta$  complètement ou partiellement, à tremper le matériau et à le faire fluer en phase  $\alpha$  à des températures similaires au cas du fluage isotherme au chauffage décrit précédemment. Deux cycles thermiques ont été adoptés :



**Figure IV-43.** Cycle thermique des essais après traitement en phase  $\beta$  ou ( $\alpha + \beta$ ) .

##### Premier type de cycle

$$\dot{T}_1 = 300 \text{ °C/min}$$



$$T_1 = 1050\text{ }^{\circ}\text{C}$$

$t_1 = 1\text{ min}$  : temps de maintien à  $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$

$$\dot{T}_2 = 300\text{ }^{\circ}\text{C/min}$$

$$T_2 = 575\text{ }^{\circ}\text{C}$$

$t_2 = 30\text{ min}$  : temps de maintien à  $575\text{ }^{\circ}\text{C}$

$$\dot{T}_3 = 50\text{ }^{\circ}\text{C/min}$$

$$T_3 = 650\text{ }^{\circ}\text{C}, 700\text{ }^{\circ}\text{C}, 760\text{ }^{\circ}\text{C}$$

$t_3 = 30\text{ min}$  : temps de maintien à  $T_3$  avant début d'application de la charge (stabilisation du signal laser)

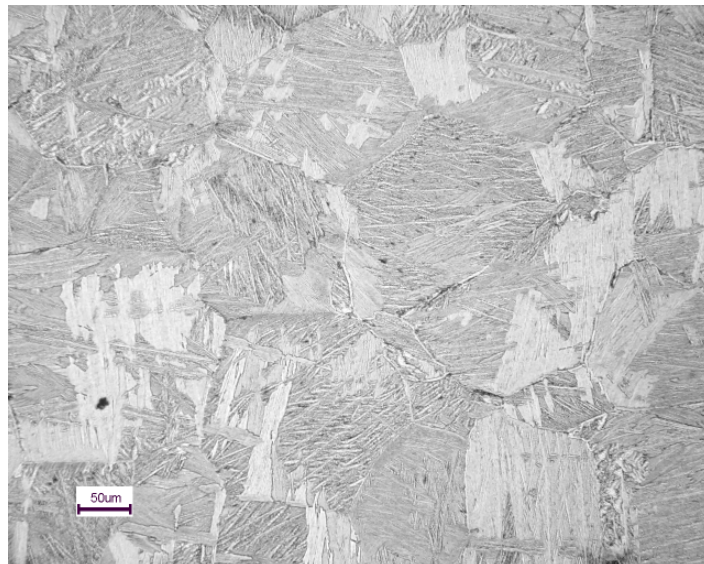
### **Deuxième type de cycle : passage par le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ )**

Les paramètres de ce cycle sont similaires à ceux du cycle précédent sauf pour  $T_1$  qui vaut  $865\text{ }^{\circ}\text{C}$  (50 %  $\beta$  détectée en résistivité).

## **IV.4.2 Résultats et interprétations**

### **IV.4.2.1 Traitement thermique à $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ (100 % $\beta$ )**

La figure IV-44 représente la microstructure de l'état de départ des essais de fluage en phase  $\alpha$  après traitement en phase  $\beta$  ( $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). La taille de grain  $\beta$  varie de  $100$  à plus de  $200\text{ }\mu\text{m}$ . Le début de la transformation  $\beta \rightarrow \alpha$  au refroidissement est de  $920\text{ }^{\circ}\text{C}$  et la fin de la transformation est de  $730\text{ }^{\circ}\text{C}$ , donc en trempant le matériau à  $575\text{ }^{\circ}\text{C}$  la microstructure est complètement transformée en phase  $\alpha$ . La vitesse de remontée à la température de fluage est de  $50\text{ }^{\circ}\text{C/min}$  pour faciliter la comparaison avec les essais précédents.



**Figure IV-44.** Microstructure après traitement en phase  $\beta$  ( $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), trempe à  $575\text{ }^{\circ}\text{C}$  (attaque 1).

#### IV.4.2.1.1 Fluage à 650 °C

La figure IV.45 regroupe les variations de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte à 650 °C mesurées sans et après passage par la phase  $\beta$ . Nous constatons que la vitesse de déformation en fluage est beaucoup plus faible dans le cas d'un traitement en phase  $\beta$  que dans le cas où on part de la microstructure du départ ( $\alpha$  équiaxe) et ceci pour une même température de fluage. En effet, il apparaît que la structure  $\alpha$  bainitique (ex  $\beta$ ) (figure IV.46) flue beaucoup moins vite que la structure  $\alpha$  équiaxe (figure IV.47). Le paramètre  $n$  de l'équation de Norton vaut 1.2 ( $\sigma < 20$  MPa) et 5.8 ( $\sigma > 20$  MPa).

À partir de la figure IV.45, les conclusions suivantes peuvent être tirées :

- à basse contrainte ( $\sigma < 15$  MPa) le matériau traité flue très peu (facteur 650 entre les vitesses de fluage du non traité et du traité à 2 MPa) ;
- Le régime du fluage change vers une contrainte  $\sigma = 20$  à 25 MPa. Faible décalage en contrainte mais fort décalage en vitesse de déformation pour ce seuil de changement de régime de fluage entre le traité et le non traité ;
- à forte contrainte, l'écart diminue lorsque la contrainte augmente (on passe d'un facteur 35 à 20 MPa à un facteur 10 à 60 MPa) et les courbes se rapprochent. Ceci correspond à une valeur de  $n$  assez élevée (5.8 contre 4 sans traitement), et les courbes ont tendance à se rejoindre pour les contraintes les plus élevées.

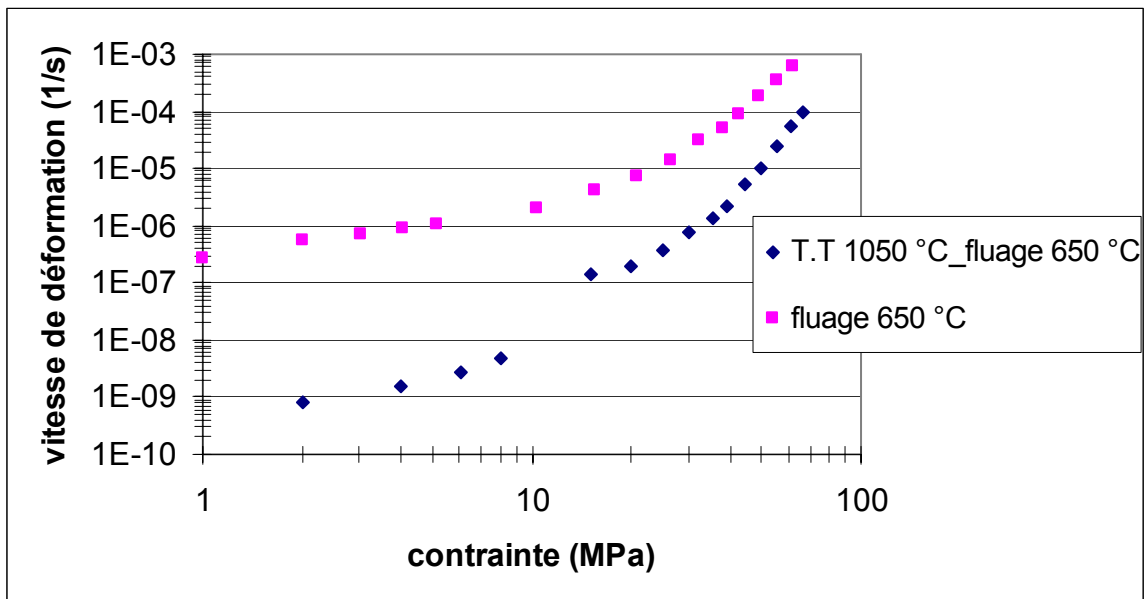
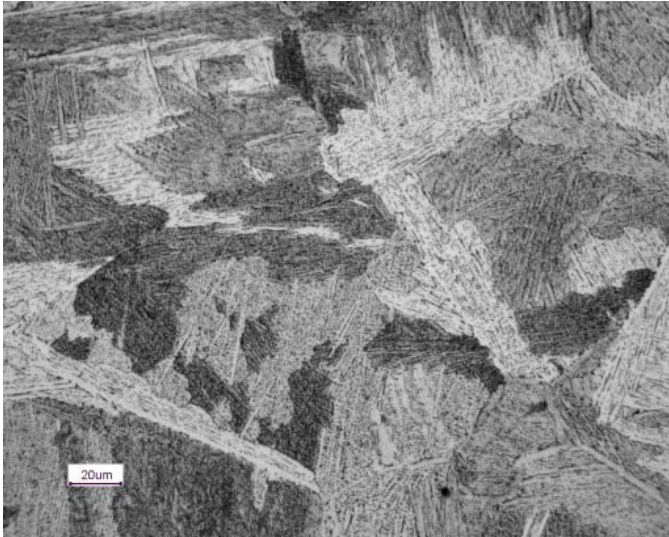
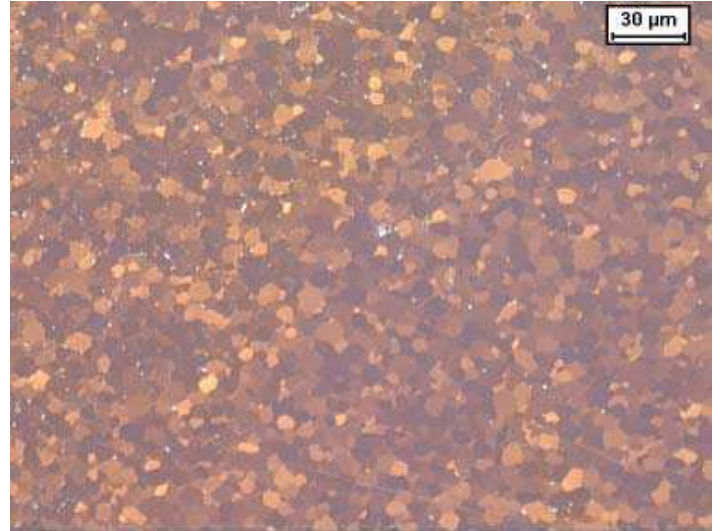


Figure IV-45. Variation de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte à 650 °C.



**Figure IV-46.** Microstructure après fluage à 650 °C après T.T à 1050 °C (attaque 1).



**Figure IV-47.** Microstructure après fluage à 650 °C à partir de l'état de départ (attaque 3).

#### IV.4.2.1.2 Fluage à 700 °C et 760 °C

Le comportement en fluage après traitement thermique en phase  $\beta$  à ces températures est qualitativement similaire à celui à 650 °C, c'est-à-dire que le matériau flue beaucoup moins vite après un traitement  $\beta$  qu'à partir de la structure  $\alpha$  équiaxe, pour les mêmes températures de fluage (figures IV.48 et IV.49).

Le paramètre  $n$  de l'équation de Norton vaut 1.2 ( $\sigma < 20$  MPa) pour le fluage à 700 °C, 2.6 ( $\sigma < 20$  MPa) pour le fluage 760 °C, et 5.7 ( $\sigma > 20$  MPa) pour le fluage à 700 et à 760 °C.

Les figures de IV.50 à IV.53 représentent les micrographies correspondantes après traitement thermique à 100 %  $\beta$  et les comparent à celles de l'état de départ.

L'énergie d'activation  $Q$  en phase  $\alpha$  entre 650 et 760 °C après traitement à 1050 °C est proche de 300 kJ/mol. Rappelons que celle trouvée pour la microstructure du départ est de 194 kJ/mol pour le fluage dislocations ( $n \cong 4$ ).

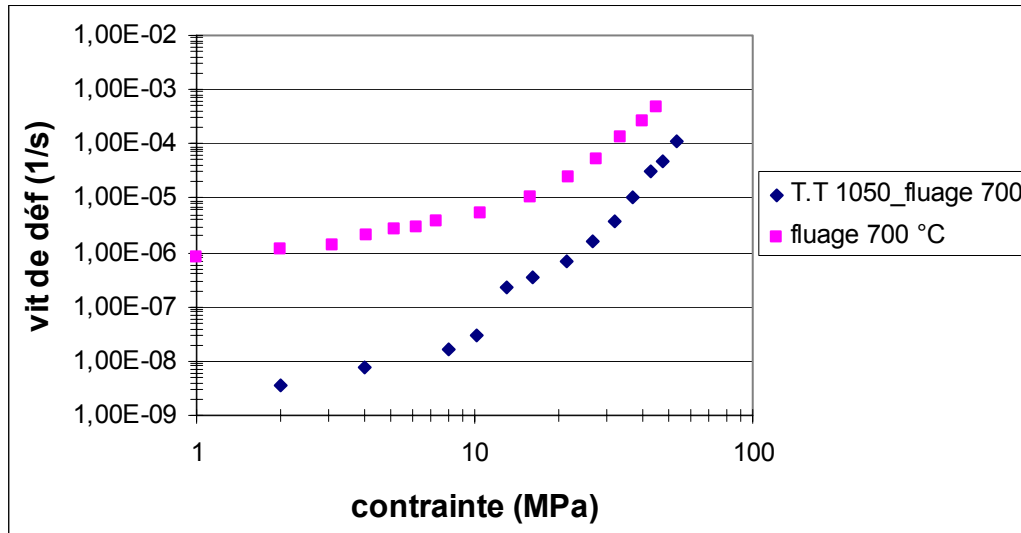
Nous avons aussi étudié l'effet éventuel de la contrainte appliquée sur la microstructure du matériau lors de ces essais après traitement thermique en phase  $\beta$ . Les figures IV.54 et IV.55 montrent que la contrainte appliquée n'a pas d'effet notable sur la microstructure. On trouve donc la même absence d'effet que pour la microstructure du départ.

La figure IV.56 regroupe l'ensemble des résultats obtenus après traitement en phase  $\beta$  et les comparent à ceux obtenus à partir de l'état initial. Nous voyons qu'après traitement en phase  $\beta$  la vitesse de fluage est fortement ralentie (de l'ordre d'un facteur 10 à 650). Autrement dit on peut conclure que la microstructure  $\alpha$  bainitique résiste beaucoup mieux au fluage que la phase  $\alpha$  équiaxe.

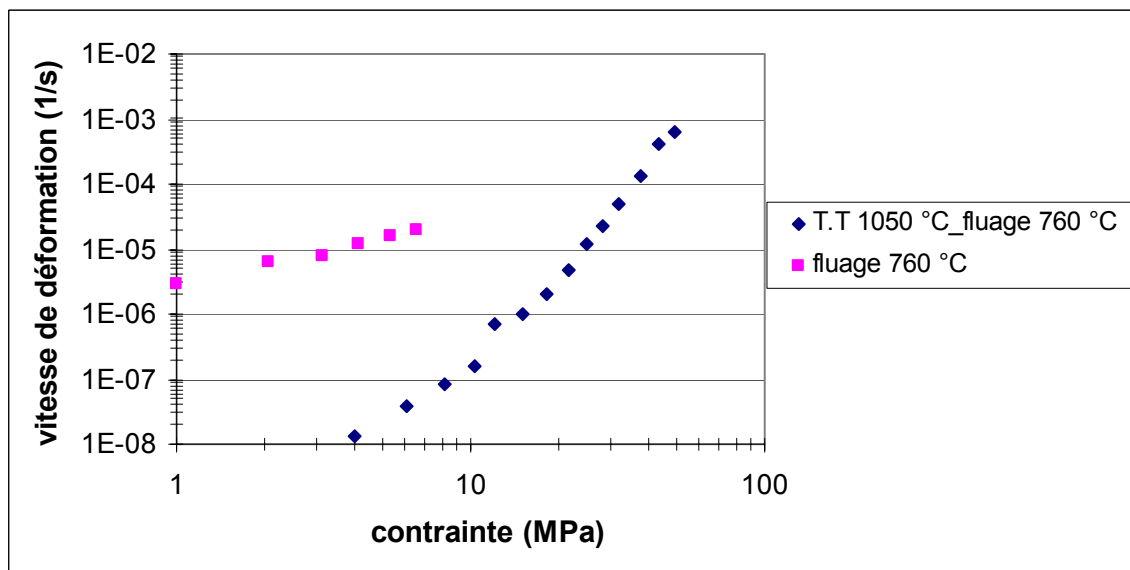
Pour tenter d'expliquer l'effet important de la structure bainitique sur le comportement de l'alliage, une réplique extractive d'un échantillon qui a subi un essai de fluage en phase  $\alpha$  après un traitement en phase  $\beta$  (figure IV.57) a été réalisée. L'observation a montré que les



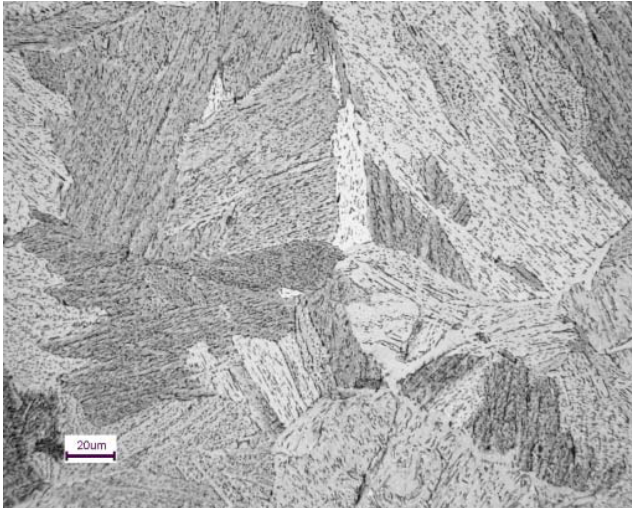
films interlattés  $\beta$  formées au refroidissement sont riches en Nb (de l'ordre de 13 à 16 %). Cette observation pourrait expliquer tout du moins en partie cette forte résistance au fluage de ce genre de microstructures.



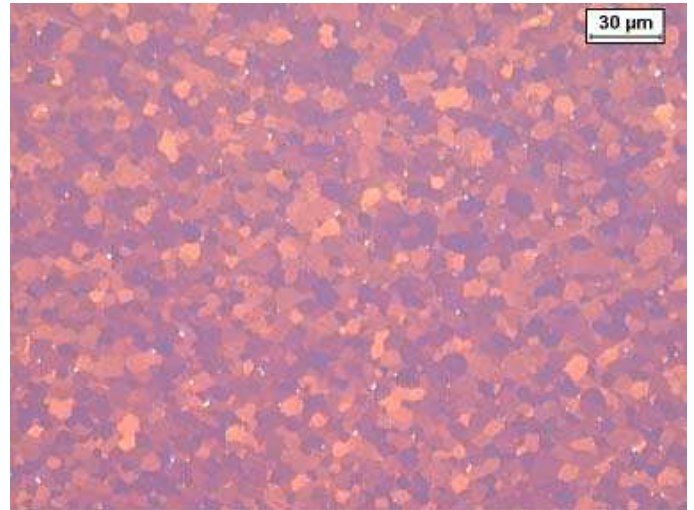
**Figure IV-48.** Variation de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte à 700 °C.



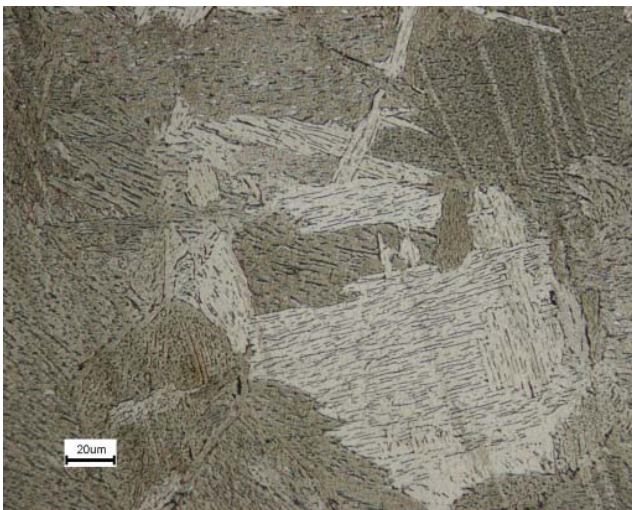
**Figure IV-49.** Variation de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte à 760 °C.



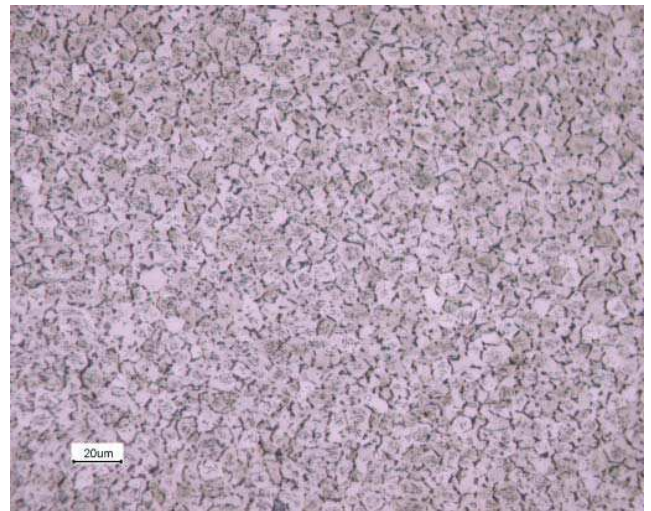
**Figure IV-50.** Microstructure après fluage à 700 °C  
Après T.T à 1050 °C (attaque 1)



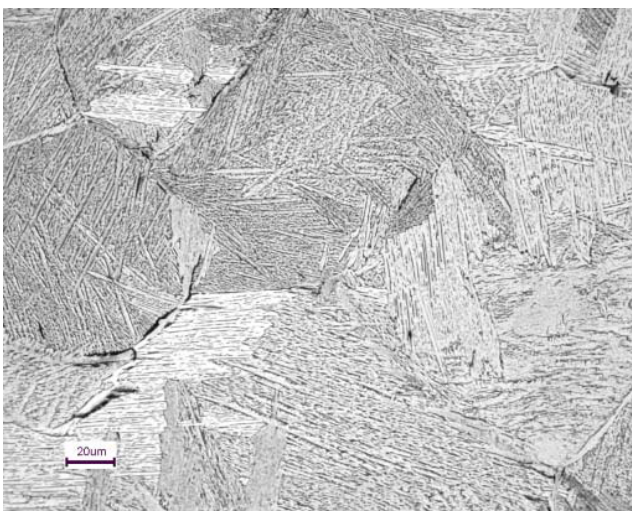
**Figure IV-51.** Microstructure après fluage à 700 °C  
à partir de l'état de départ (attaque 3)



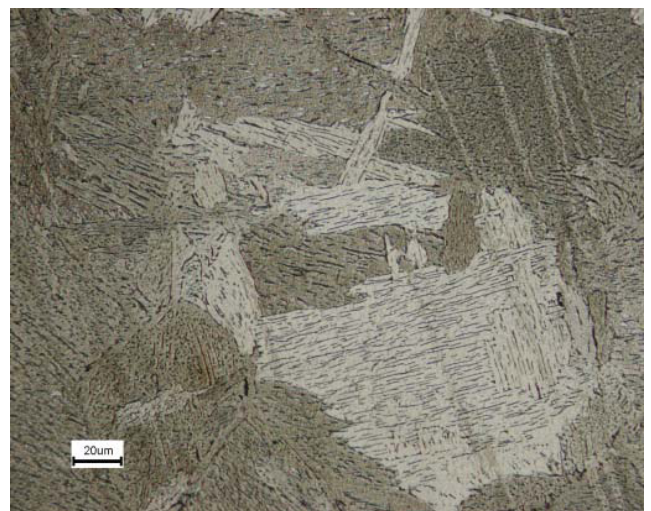
**Figure IV-52.** Microstructure après fluage à 760 °C après T.T  
à 1050 °C (attaque 1)



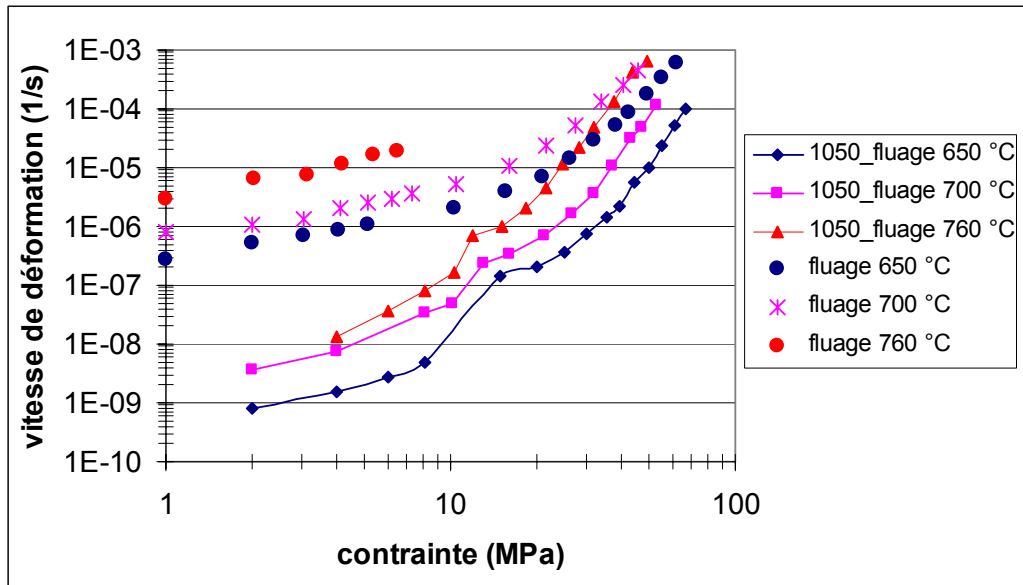
**Figure IV-53.** Microstructure après fluage à 760  
°C à partir de l'état de départ (attaque 1)



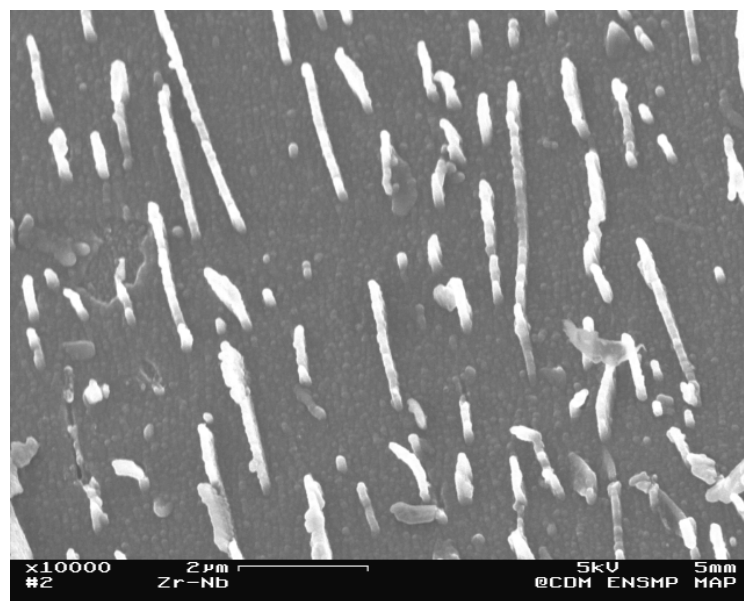
**Figure IV-54.** Microstructure après T.T à 760 °C après  
passage à 1050 °C (attaque 1)



**Figure IV-55.** Microstructure après fluage à 760  
après T.T à 1050 °C (attaque 1)



**Figure IV-56.** Variation de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte en phase  $\alpha$  avec et sans traitement thermique en phase  $\beta$ .



**Figure IV-57.** Réplique extractive d'un échantillon qui a subi un cycle à 1050 °C puis un essais de fluage à 760 °C.

### Conclusions

Ces essais de fluage après traitement en phase  $\beta$  nous ont permis de dégager les conclusions suivantes :

- A faibles contraintes, ce traitement semble contribuer à bloquer le fluage diffusion ou à le repousser vers des vitesses de déformation plus faibles.
- A fortes contraintes, on n'est pas sûr d'avoir un effet du traitement en phase  $\beta$  dans la mesure où les courbes peuvent se croiser.



- La taille des grains  $\alpha$  formés à partir des ex grains  $\beta$  est très différente de celle des grains initiaux équiaxes. La morphologie des phases est également différente. Le traitement en phase  $\beta$  conduit après refroidissement à la formation de colonies de lattes allongées. Ces colonies sont non convexes et non équiaxes.
- Il a été possible de mettre en évidence la présence de  $\beta$  résiduelle sous forme de films riches en Nb à 575 °C et même après fluage en phase  $\alpha$ . En revanche il n'a pas été possible de déceler de transformation  $\beta_{Nb} \rightarrow \beta_{Zr}$ . Elle n'a donc plus la même composition chimique.
- Le traitement en phase  $\beta$  conduit à une modification des interfaces  $\alpha/\beta$  et  $\alpha/\alpha$  : elles ne sont plus du tout rectilignes, cette modification risque de changer considérablement le comportement en fluage diffusion.
- Les interfaces  $\alpha/\alpha$  de forte désorientation cristallographique sont certainement moins nombreuses (à cause de la taille élevée des ex grains  $\beta$  et des colonies de lattes  $\alpha$ ) qu'elles ne l'étaient au départ.

La microstructure ayant un fort effet à faibles contraintes on a pensé à retenir au moins une partie des grains  $\alpha$  équiaxes en tentant un traitement dans le domaine ( $\alpha + \beta$ ) et non plus dans le domaine (100 % $\beta$ ). Cette microstructure biphasée stable peut par ailleurs être utile pour comprendre les résultats obtenus précédemment dans le domaine biphasé.

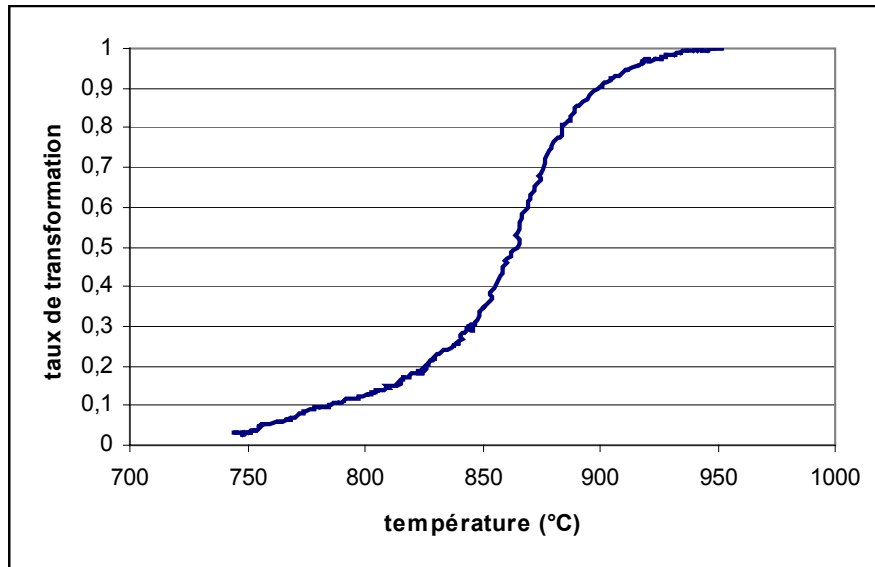
#### **IV.4.2.2 Traitement thermique à 50 % $\beta$**

##### **Détermination de la température à 50 % de $\beta$**

Pour déterminer le taux de transformation en fonction de la température, un essai de résistivité correspondant au cycle thermique adopté (et en particulier à  $\dot{T}_1 = 300$  °C/min) a été réalisé.

La figure IV.58 montre l'évolution du taux de transformation en fonction de la température. La température de 865 °C correspond à 50 % de transformation d'où le choix de cette température.

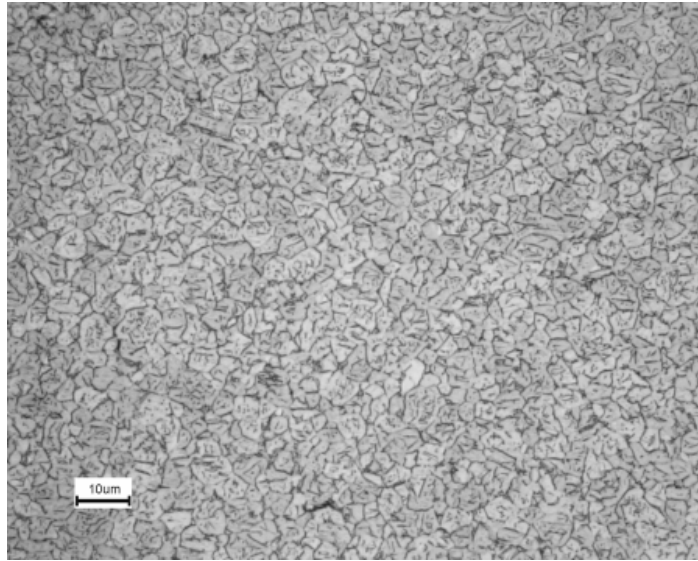
Le résultat obtenu a été validé par analyse d'image sur un échantillon traité à 865 °C pendant 30 min (figure IV.59). Cependant, lors d'un maintien d'une minute à 865 °C (durée du cycle), le matériau n'est pas suffisamment trempable (figure IV.60) pour obtenir les 50 % de phase  $\beta$  transformée calculés par résistivité et obtenus effectivement après un temps de séjour plus long à 865 °C, sans qu'il y ait eu pour autant une évolution de la résistivité. Il y a donc bien eu transformation de 50 % de la phase  $\alpha$  en phase  $\beta$  mais on ne visualise pas ces 50 % de phase  $\beta$  après refroidissement. Il reste environ 10 % $\beta$ , essentiellement sous la forme d'un film aux joints de grains  $\alpha$ . La microstructure étant biphasée après le traitement thermique, on s'attend à une accélération du fluage diffusion par rapport à l'état de départ. On ne testera donc pas une microstructure (50 % bainite + 50 % équiaxe) mais une microstructure « biphasée à basse température », qui peut permettre d'étendre les résultats obtenus au chauffage en ( $\alpha + \beta$ ) vers des températures inférieures, pour un même taux de phase  $\beta$  (effet de température à microstructure quasiment constante).



**Figure IV-58.** Variation du taux de phase  $\beta$  transformée en fonction de la température ( $\dot{T}_1 = 300 \text{ }^\circ\text{C/min}$ ).



**Figure IV-59.** Micrographie de l'échantillon traité à  $865 \text{ }^\circ\text{C}$  pendant 30 min puis trempé four coupé ( $\% \beta = 47$ ).



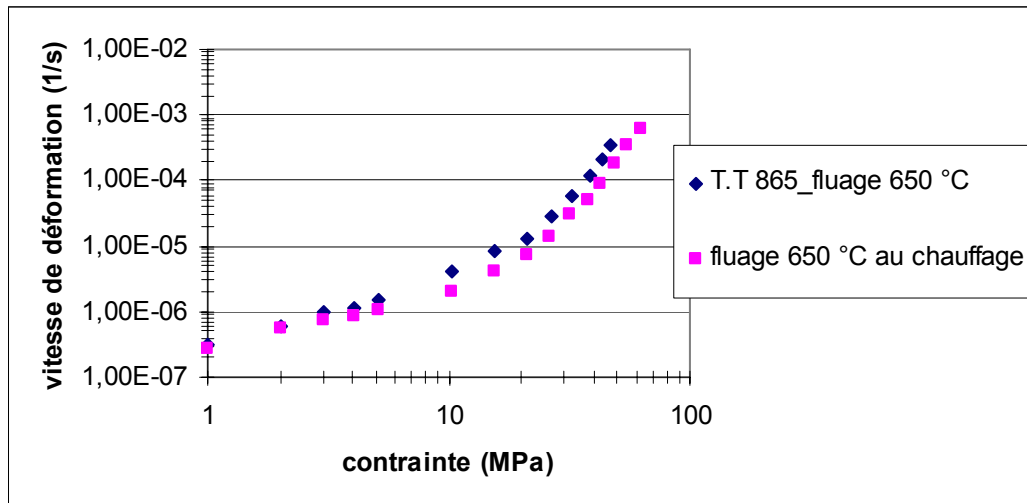
**Figure IV-60.** Micrographie de l'échantillon traité à 865 °C pendant 1 min puis trempé four coupé.

Après détermination de la température correspondant à 50 % de transformation, nous avons mené les essais de fluage aux mêmes températures que dans le cas d'un traitement à 1050 °C pour pouvoir comparer directement les résultats.

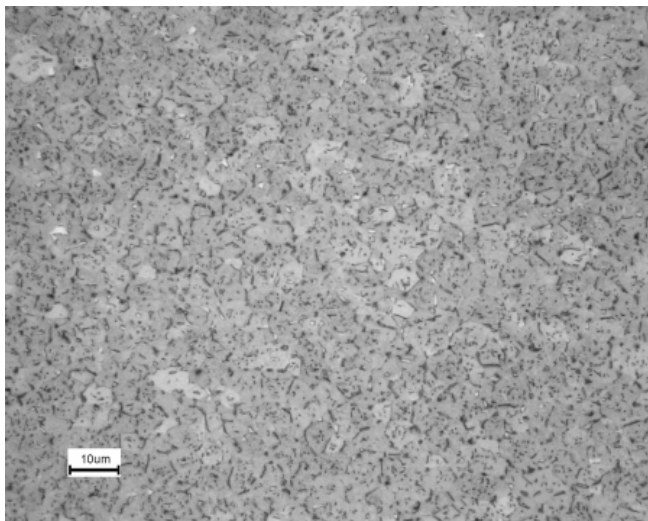
#### **IV.4.2.2.1 Fluage à 650 °C**

La figure IV.61 regroupe les mesures de la variation de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte à 650 °C sans traitement (état initial) et après traitement à 865 °C. Nous constatons que le comportement en fluage du matériau est presque similaire dans les deux cas avec une vitesse de déformation légèrement supérieure dans le cas d'un traitement à 50 % $\beta$ . En effet, cela s'explique par le fait que les deux microstructures correspondantes sont proches (figures IV.62 et IV.63). Les deux microstructures sont assez proches l'une de l'autre, c'est juste qu'un % $\beta$  un peu plus élevé rend l'attaque 1 opérationnelle sur une microstructure mais pas sur l'autre ce qui justifie l'utilisation de l'attaque 3 pour révéler la microstructure de la figure VI.63. Les tailles de grains  $\alpha$  sont identiques pour les deux microstructures sans traitement et après traitement à 865 °C.

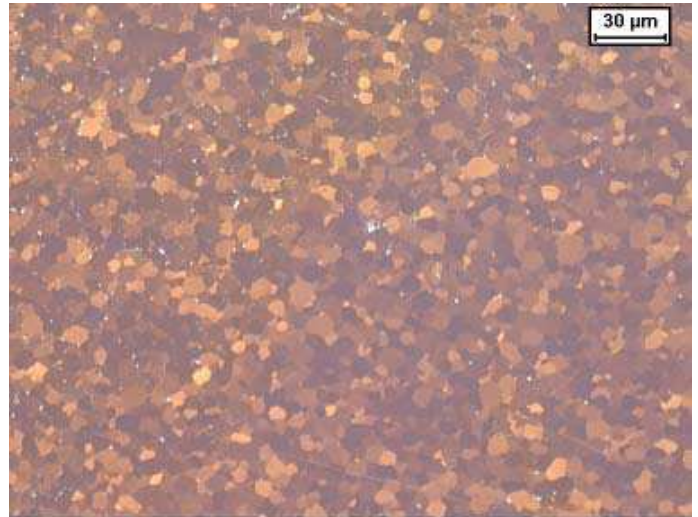
Deux régimes de fluage ont été identifiés : un régime diffusionnel à faibles contraintes ( $n = 1.2$ ) et un régime fluage dislocations à fortes contraintes ( $n = 4$ ). Les valeurs de  $n$  sont proches de celles déterminées en l'absence d'un traitement thermique préalable.



**Figure IV-61.** Variation de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte à 650 °C.



**Figure IV-62.** Microstructure après fluage 650 °C après T.T à 865 °C (attaque 1).



**Figure IV-63.** Microstructure après fluage à 650 °C à partir de l'état de départ (attaque 3).

#### IV.4.2.2.2 Fluage à 700 °C et 760 °C

Le matériau flue légèrement plus vite (facteur 2) après traitement à 50 %  $\beta$  que dans le cas du fluage à partir d'une structure  $\alpha$  équiaxe pour les deux autres températures testées en phase  $\alpha$  (figures IV.64 et IV.65). Par ailleurs, il semblerait qu'après un traitement à 50 %  $\beta$  le taux de phase  $\beta$  formé soit supérieur à celui de l'état de départ (figures IV.66 à IV.69). La taille de grains n'a pas évolué entre l'état de départ et après traitement à 865 °C.

Les mêmes mécanismes que dans le cas du fluage à 650 °C ont été postulés.

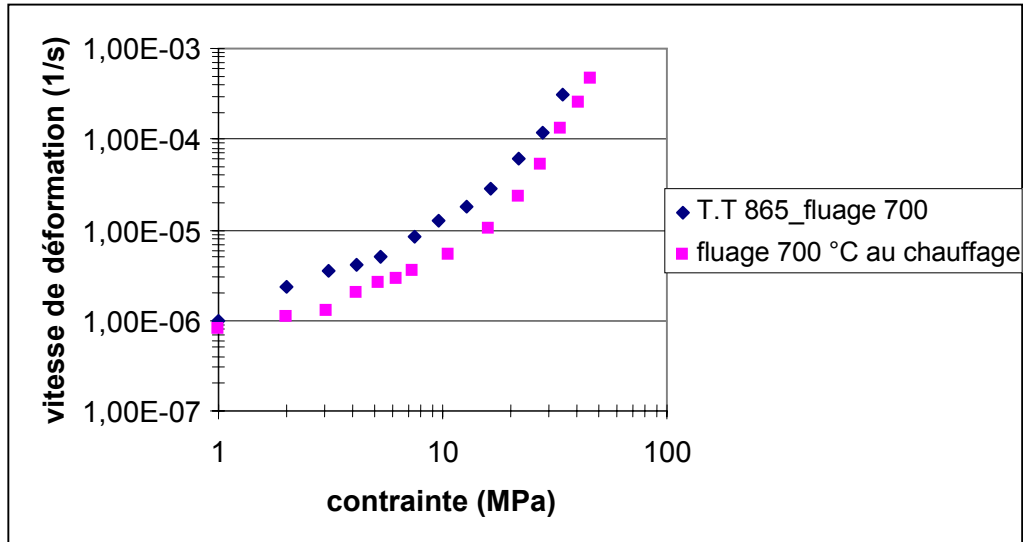
À 700 °C,  $n = 1.1$  pour les faibles contraintes et 3.7 pour les fortes contraintes.

À 760 °C,  $n = 1.0$  pour les faibles contraintes et 4.0 pour les fortes contraintes.

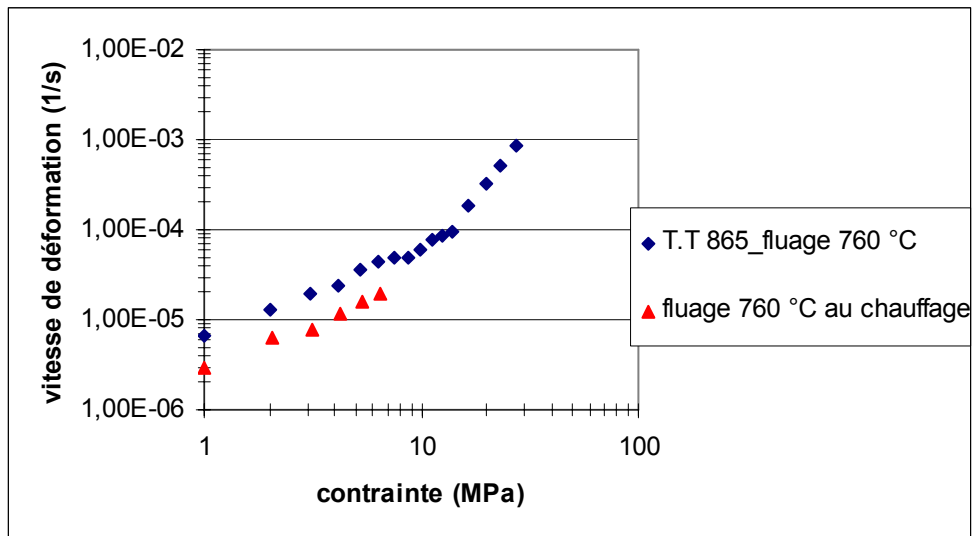
L'énergie d'activation en phase  $\alpha$  à faibles contraintes et après traitement à 865 °C :  $Q = 220$  kJ/mol. Celle trouvée pour la microstructure du départ est de 134 kJ/mol.

L'énergie d'activation en phase  $\alpha$  à fortes contraintes et après traitement à 865 °C :

$Q = 246 \text{ kJ/mol}$ . Celle trouvée pour la microstructure du départ est de  $194 \text{ kJ/mol}$ .  
 Nous n'avons pas pu explorer l'effet du traitement à 50 %  $\beta$  à très fortes contraintes en raison de la grande vitesse de déformation du matériau. Celui-ci semble toutefois limité pour  $\sigma > 30 \text{ MPa}$  au vu des courbes IV-61 et IV-64.

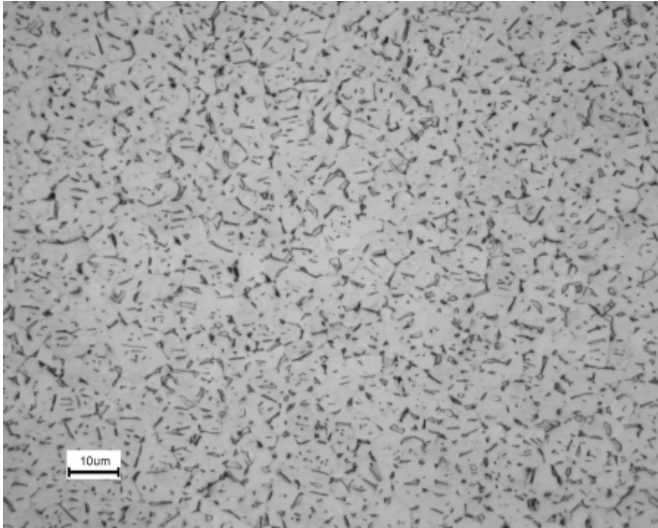


**Figure IV-64.** Variation de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte à 700 °C.

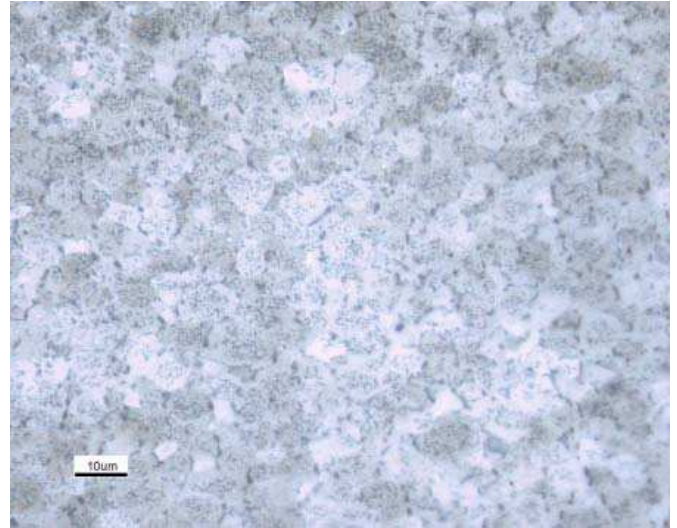


**Figure IV-65.** Variation de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte à 760 °C.

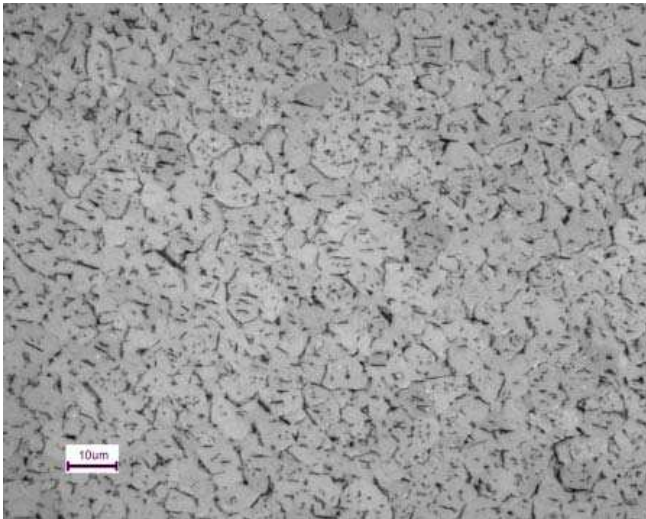




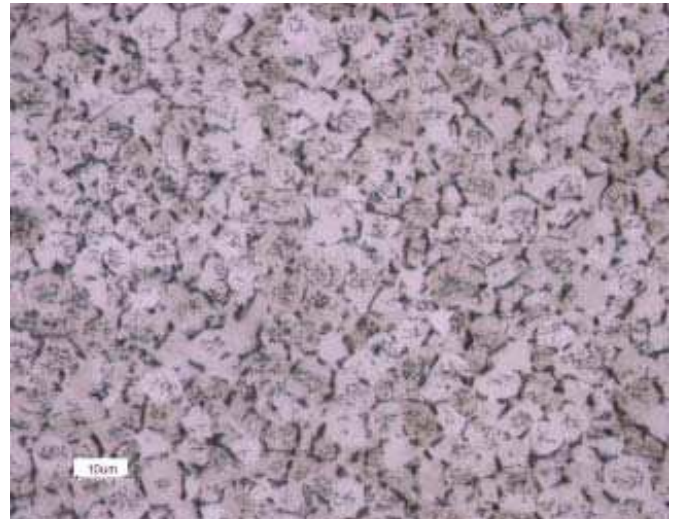
**Figure IV-66.** Microstructure après fluage à 700 °C après T.T à 865 °C (attaque 1).



**Figure IV-67.** Microstructure après fluage à 700 °C à partir de l'état de départ (attaque 1).



**Figure IV-68.** Microstructure après fluage 760 °C après T.T à 865 °C (attaque 1).



**Figure IV-69.** Microstructure après fluage à 760 °C à partir de l'état de départ (attaque 1).

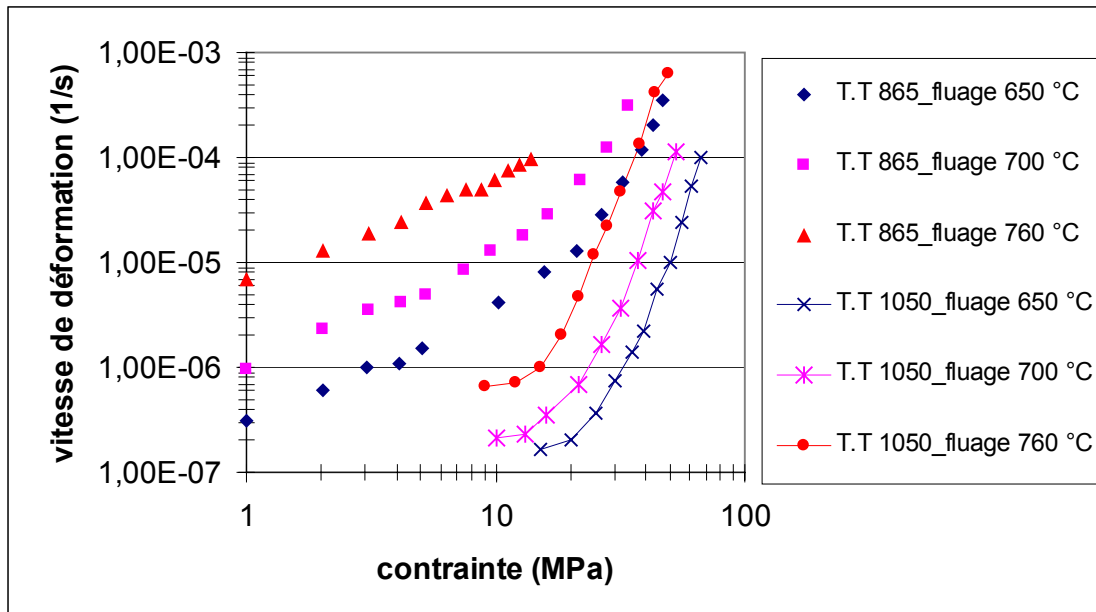
La figure IV-70 regroupe tous les essais après traitement en phase  $\beta$  (à 100 % et à 50 %). Cette courbe montre bien l'effet de la microstructure de début d'essai sur le comportement mécanique en fluage du Zr-1%NbO. En effet, il est très clair qu'une structure  $\alpha$  bainitique en lattes résultant d'une trempe à partir d'une structure  $\beta$  complètement transformée, flue beaucoup moins vite dans le domaine  $\alpha$  qu'une structure  $\alpha$  équiaxe résultant d'une trempe à partir d'une structure  $\beta$  partiellement transformée.

Les essais après traitement en phase  $\beta$  ainsi que les investigations microstructurales correspondant à ces essais nous ont permis de connaître le comportement en fluage  $\alpha$  du Zr-1%NbO et de pouvoir le comparer à son comportement au chauffage :

- Après un traitement à 100 % $\beta$  le fluage est bloqué à faibles contraintes (le matériau flue jusqu'à 250 fois moins vite dans le régime de fluage diffusion). A fortes contraintes,

les courbes ont tendance à se rejoindre, ce qui diminue l'effet d'un traitement à 100 % $\beta$  sur le comportement en fluage  $\alpha$  à des contraintes élevées. Cette différence de comportement est due essentiellement à la grande différence entre la microstructure au chauffage et après traitement à 100 % $\beta$ .

- Après un traitement à 50 % $\beta$ , le comportement du matériau en fluage en phase  $\alpha$  est proche de celui de l'état initial. En effet les deux microstructures résultantes sont très proches.



**Figure IV-70.** Courbe récapitulative des essais de fluage après T.T en phase  $\beta$ .

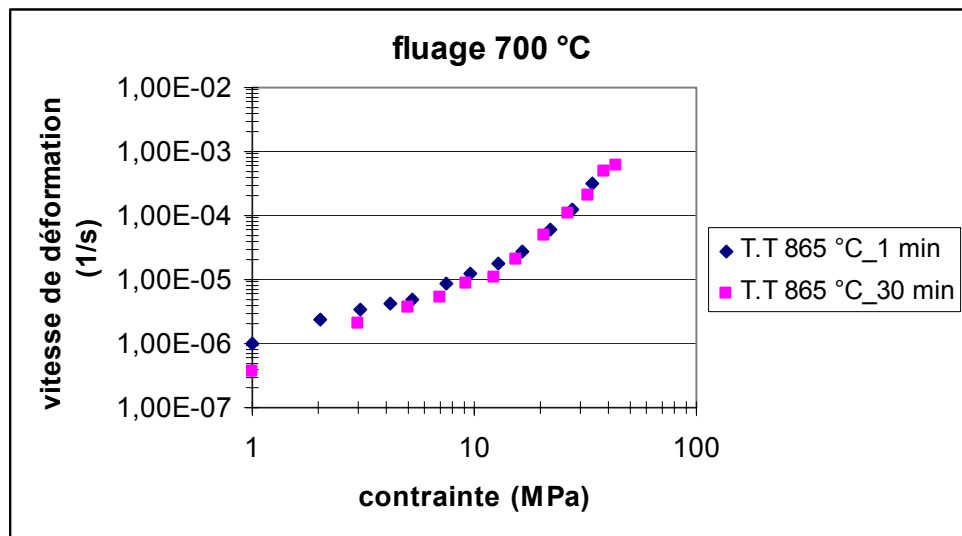
#### IV.4.3 Détermination de la température limite de traitement en phase $\beta$ à partir de laquelle le matériau flue moins vite après retour en phase $\alpha$

Après avoir étudié l'influence d'un traitement 100 % $\beta$  et 50 % $\beta$  sur le comportement en fluage dans le domaine  $\alpha$  du matériau, et vu le fait que le matériau flue beaucoup moins vite après un traitement à 100 % $\beta$  qu'après traitement à 50 % $\beta$ , nous allons déterminer la température de traitement thermique (pour un maintien d'une minute) à partir de laquelle le fluage du matériau est ralenti. La température de 865 °C correspondant à 50 % $\beta$  sera considérée comme température de référence (le matériau flue vite après traitement à cette température). À partir de 50 % $\beta$ , nous allons augmenter progressivement la température maximale du cycle donc le taux de phase  $\beta$  pour étudier son influence sur le comportement en fluage  $\alpha$  du matériau. Pour commencer, nous allons d'abord étudier l'influence du temps de maintien à 50 % $\beta$  sur le comportement en fluage  $\alpha$  du matériau.

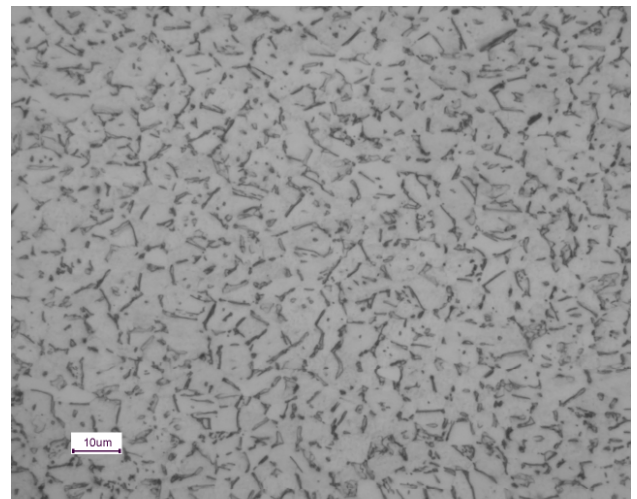
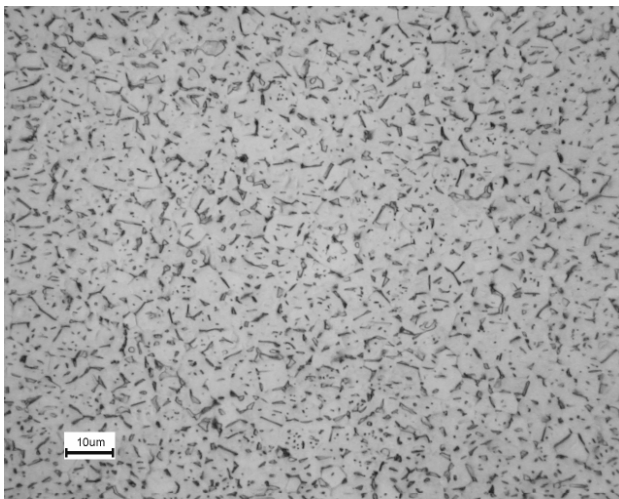
##### IV.4.3.1 Influence du temps de maintien à 50 % $\beta$ sur le comportement en fluage du matériau à 700 °C (phase $\alpha$ )

Nous partons de deux microstructures obtenues après traitement à 50 % $\beta$  (865 °C), une maintenue 30 min à 865 °C (figure IV-58) et l'autre 1 min à la même température (figure IV-59) et on étudie le fluage de ces microstructures à 700 °C (en phase  $\alpha$ ).

On voit bien à partir de la courbe illustrant la variation de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte appliquée (figure IV-71), qu'il n'y a presque pas de différence de comportement en fluage  $\alpha$  entre un maintien d'une minute et un autre de trente minutes. Cela peut s'expliquer par le fait que les deux microstructures après fluage à 700 °C sont très proches (figures IV-72 et IV-73). Cela est dû au fait que les ex grains  $\beta$  transformés en  $\alpha$  en lattes sont relativement instables à 700 °C et sont envahis (revenu) par les grains  $\alpha$  équiaxes.



**Figure IV-71.** Variation de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte à 700 °C après traitements thermiques de 1 min et 30 min à 865 °C.

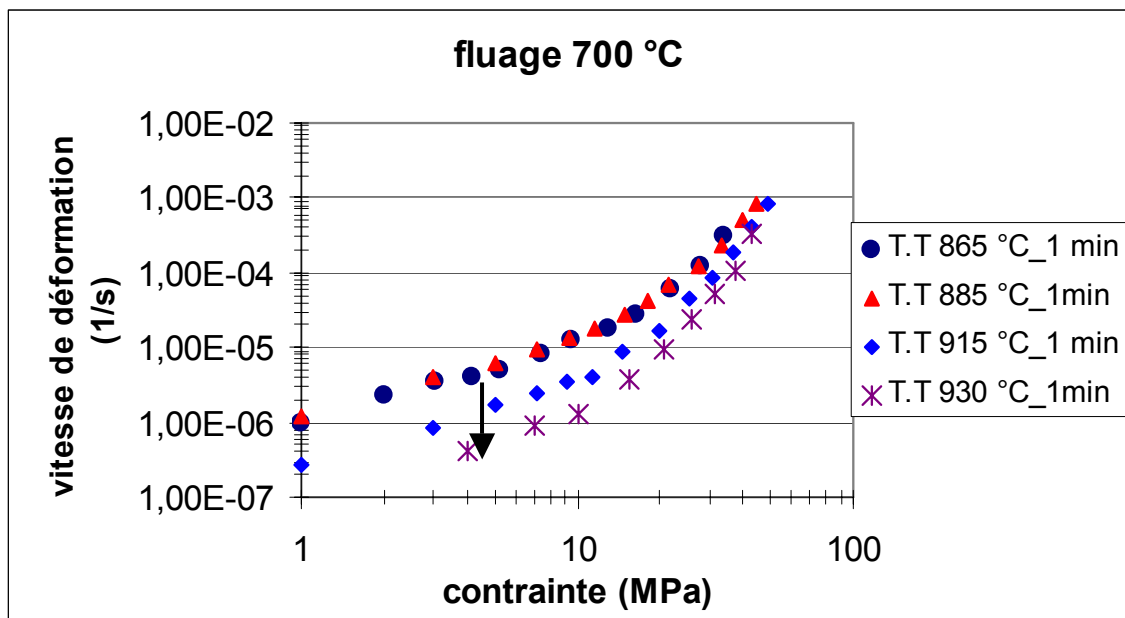


**Figure IV-72.** Microstructure après T.T à 865 °C (maintien 1min) Puis fluage à 700 °C (attaque 1). **Figure IV-73.** Microstructure après T.T à 865 °C (maintien 30 min) puis fluage 700 °C (maintien 1 min).

#### IV.4.3.2 Influence du taux de phase $\beta$ sur le comportement en fluage $\alpha$ du matériau

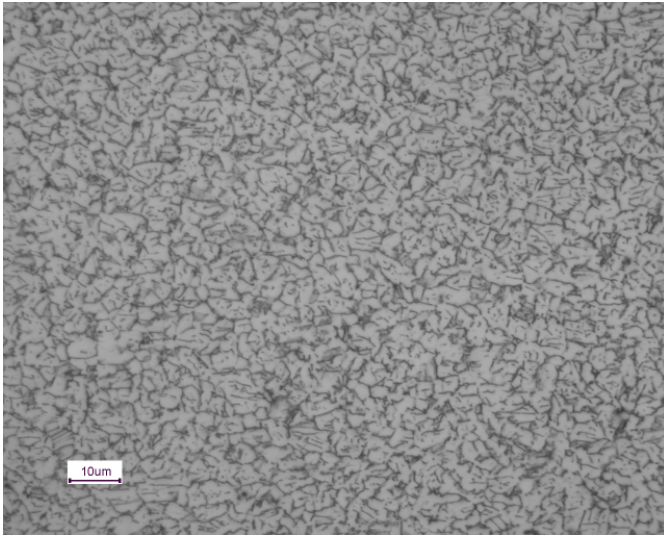
La figure IV-74 illustre la variation de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte appliquée après traitement thermique à 865 °C (50 % $\beta$ ), 885 °C (80 % $\beta$ ), 915 °C (95 % $\beta$ ), et 930 °C (98 % $\beta$ ). On voit bien qu'à 80 % $\beta$  la vitesse de déformation du matériau en phase  $\alpha$  est presque la même qu'à 50 % $\beta$ , à 95 % $\beta$  le matériau flue environ 4 fois moins vite qu'à 50 % $\beta$ , et à 98 % $\beta$  10 fois moins vite. Ces essais nous ont permis de tirer les conclusions suivantes :

- En termes de courbes :
  - effet visible à faibles contraintes ;
  - la contrainte seuil entre fluage dislocations et fluage diffusion n'évolue pas ;
  - on bloque essentiellement le fluage diffusion ;
  - à 1 min de maintien il faut traiter à 90 % de phase  $\beta$  pour commencer à bloquer le fluage diffusion.
- En termes de microstructure :
  - La microstructure évolue beaucoup entre 885 °C et 930 °C (figures IV-75 et IV-76). Cette microstructure évolue aussi entre l'état de départ et après essai de fluage en phase  $\alpha$  (à 700 °C) ;
  - Une taille de grains  $\beta$  de 10  $\mu\text{m}$  est suffisante pour obtenir une structure en lattes après refroidissement à 300 °C/min ;
  - Une taille de grains  $\beta > 20 \mu\text{m}$  permet de stabiliser la structure en lattes après remontée en fluage.

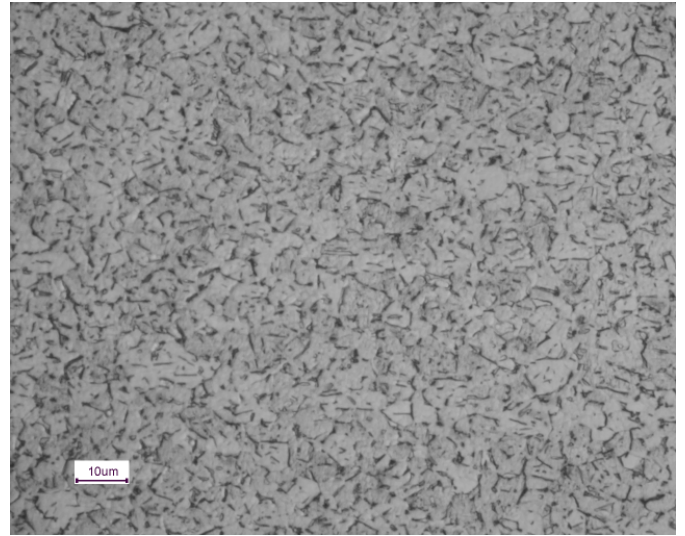


**Figure IV-74.** Variation de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte à 700 °C pour différents taux de transformation.



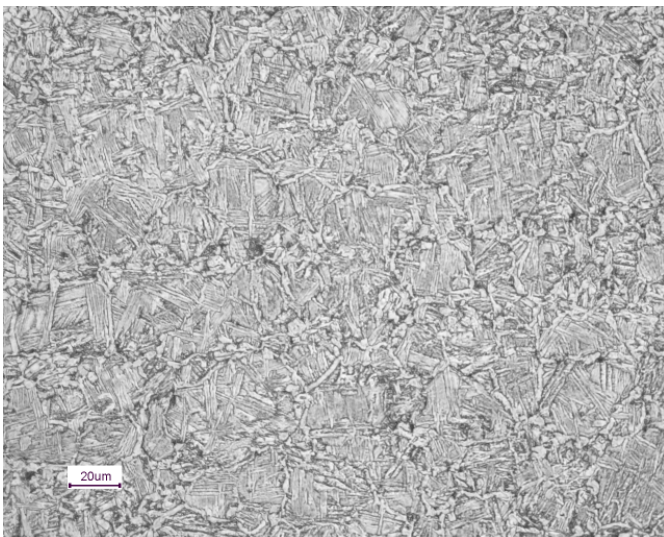


(a)

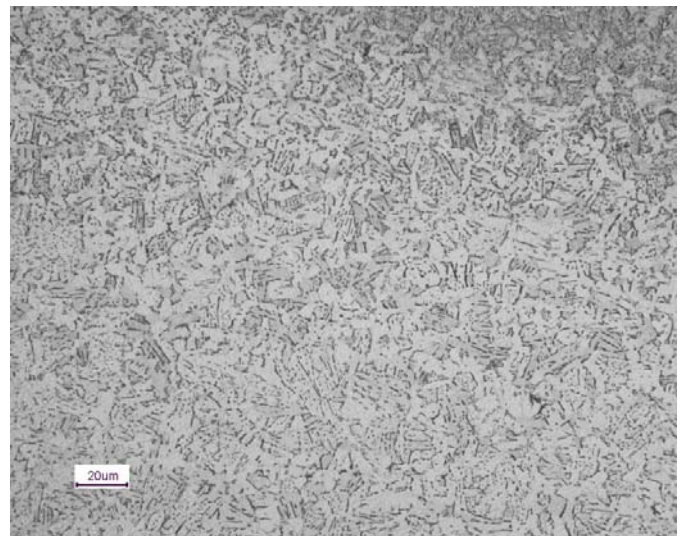


(b)

**Figure IV-75.** Microstructures après traitement à 885 °C  
 (a) trempe à 575 °C puis four coupé, (b) trempe à 575 °C puis fluage à 700 °C



(a)



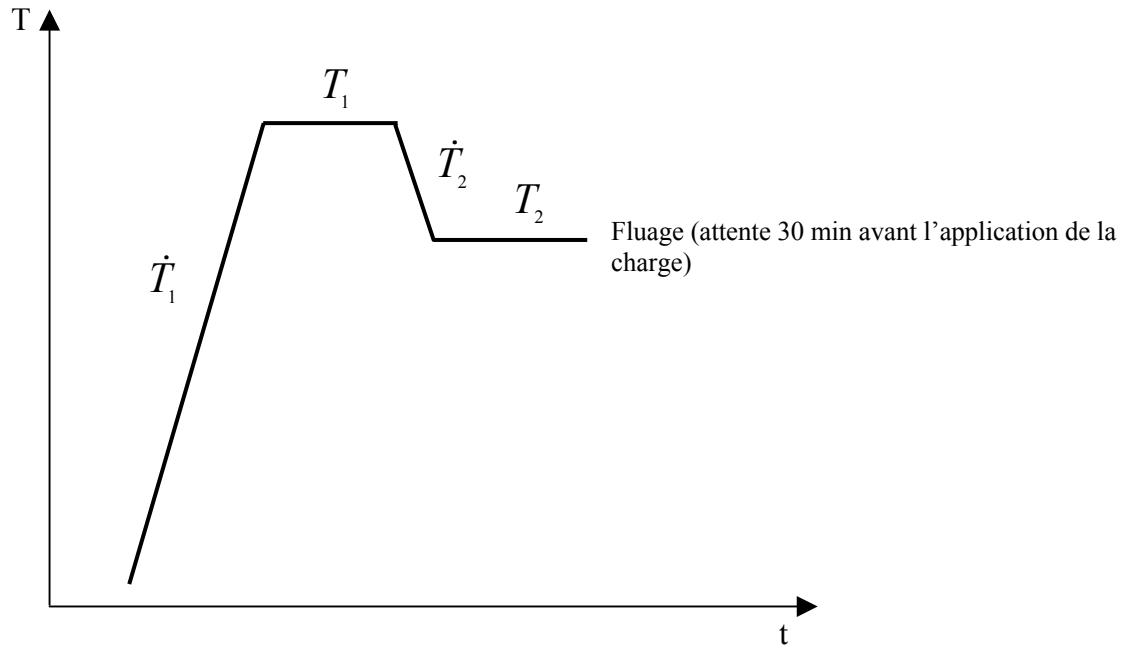
(b)

**Figure IV-76.** Microstructures après traitement à 930 °C  
 (a) trempe à 575 °C puis four coupé, (b) trempe à 575 °C puis fluage à 700 °C

#### IV.5 Comportement en fluage biphasé ( $\alpha + \beta$ ) isotherme après refroidissement

Ces essais ont été conduits d'une part pour évaluer le comportement en fluage du milieu biphasé au refroidissement c'est-à-dire avec une microstructure différente de celle développée au chauffage : on cherche aussi une microstructure allongée, mais moins fine que la microstructure en lattes. D'autre part on prépare l'interprétation des essais de fluage anisotherme du chapitre V.

Le cycle thermique adopté lors de ces essais est le suivant :



$$\dot{T}_1 = 200 \text{ }^{\circ}\text{C/min}$$

$$T_1 = 1050 \text{ }^{\circ}\text{C} \text{ (maintien 2 min à cette température)}$$

$$\dot{T}_2 = 200 \text{ }^{\circ}\text{C/min}$$

$$T_2 = 800 \text{ }^{\circ}\text{C}, 840 \text{ }^{\circ}\text{C}, 860 \text{ }^{\circ}\text{C}, 880 \text{ }^{\circ}\text{C}, 900 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

##### IV.5.1 Courbes de fluage

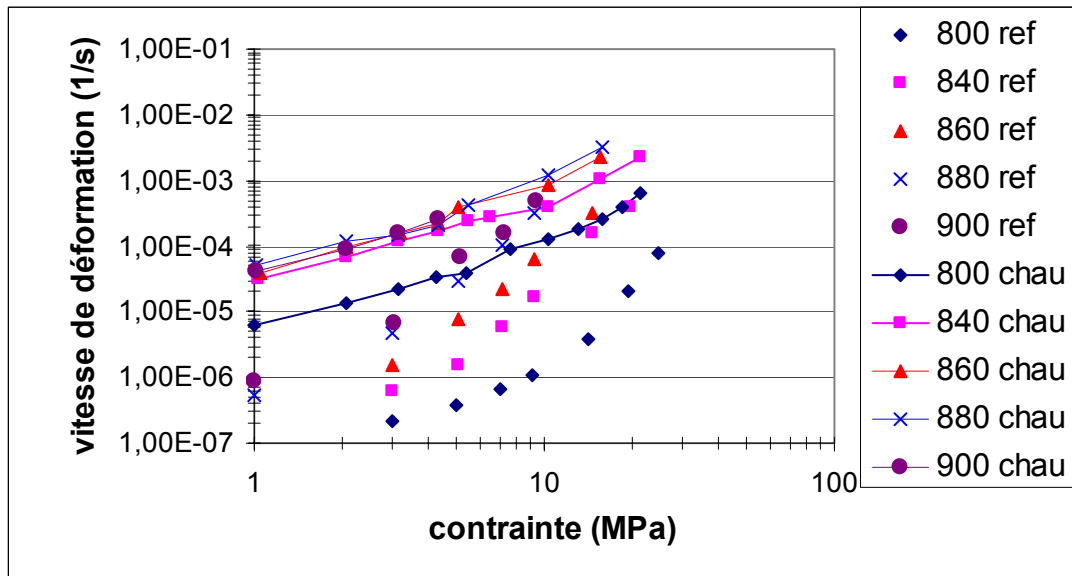
Le tableau IV-3 montre le taux de phase  $\beta$  au refroidissement évalué par résistivité à une vitesse de refroidissement de 200  $^{\circ}\text{C}$ .

Tableau IV-3. Taux de phase $\beta$ en fonction de la température					
T ( $^{\circ}\text{C}$ )	800	840	860	880	900
% $\alpha$	94	78	64	34	22

La figure IV-77 rapportant la variation de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte appliquée pour l'ensemble des essais de fluage au chauffage et au refroidissement dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ) montre que l'effet de la température au refroidissement est plus notable que celui au chauffage.

Comme dans le cas du chauffage, il est difficile de déterminer une valeur unique de l'énergie d'activation dans ce domaine de température.

Le comportement du matériau en fluage dans le domaine biphasé au refroidissement est complètement différent de celui au chauffage. En effet, le matériau flue jusqu'à 180 fois moins vite au refroidissement à faibles contraintes. A fortes contraintes, les courbes tendent à se rejoindre. Cette différence est due essentiellement à la grande variation de la microstructure entre le chauffage et le refroidissement.



**Figure IV-77.** Variation de la vitesse de déformation en fonction de la température dans le domaine biphasé au chauffage et après refroidissement.

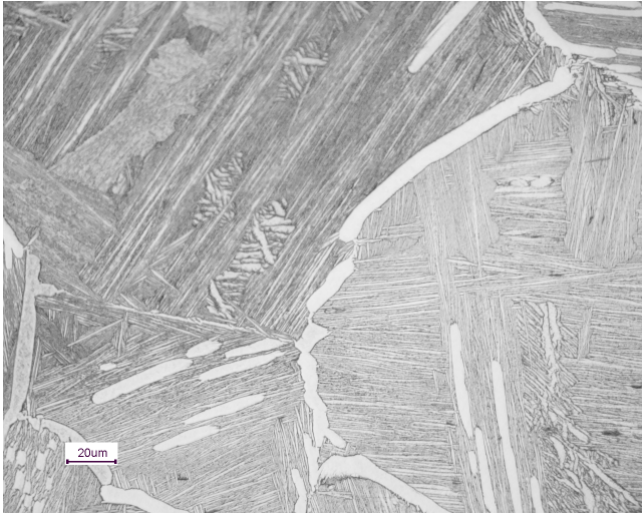
#### IV.5.2 Analyse micrographique

Nous avons pris le soin de bien examiner toutes les microstructures résultantes pour suivre leur évolution en fonction de la température et du taux de phase transformé. Le sens de prélèvement des échantillons est le même que dans le cas du fluage au chauffage.

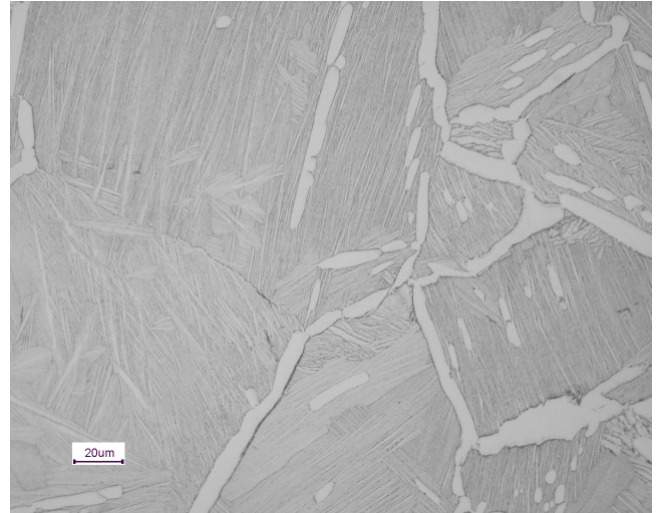
À 900 °C, le taux de phase  $\alpha$  transformée calculé par résistivité est de 22 %. En effet sur la micrographie de l'échantillon qui a subi un essai de fluage au refroidissement à cette température (figure IV.78a), la phase  $\alpha$  (c'est la phase blanche en plaquettes) commence à se former aux joints de grains  $\beta$ . La phase  $\alpha$  formée au refroidissement commence à germer et à croître tout au long d'un joint de l'ex grain  $\beta$ . Comme au chauffage (pour la phase  $\beta$ ), et même au tout début de la transformation, nous arrivons à déceler la présence de la phase  $\alpha$  issue de la transformation  $\beta \rightarrow \alpha$  au refroidissement.

À 880 °C (34 %  $\alpha$ ), la phase  $\alpha$  transformée est plus grossière et est majoritaire aux joints de grains  $\beta$  avec un peu à l'intérieur des grains (figure IV.78b). On peut dire que la phase  $\alpha$  commence à germer aux joints de l'ex grain  $\beta$  pour croître ensuite dans le grain.





(a)



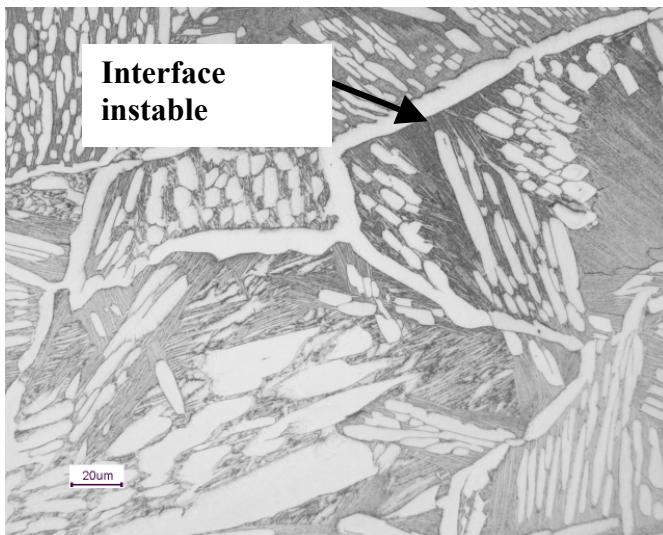
(b)

**Figure IV-78.** Micrographies d'un échantillon après un essai de fluage au refroidissement dans le domaine biphasé.

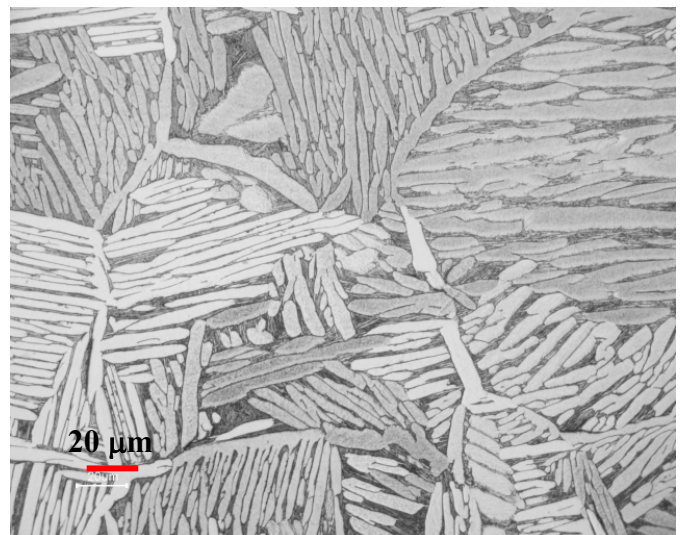
(a) : fluage à 900 °C (35 min), (b) : fluage à 880 °C (30 min).

À 860 °C (64 %  $\alpha$ ) , la taille et le taux de phase  $\alpha$  augmentent par rapport au fluage à 880 °C (figure IV-79a), la phase  $\alpha$  tend à croître de plus en plus à l'intérieur de l'ex grain  $\beta$ . La taille de ce dernier est sensiblement la même comparée à celle des traitements à 900 °C et à 880 °C. L'épaisseur du film  $\alpha$  intergranulaire n'évolue plus.

À 840 °C (78 %  $\alpha$ )(figure IV.79b), la microstructure est majoritairement formée de plaquettes  $\alpha$  aux joints et à l'intérieur de l'ex grain  $\beta$ .



(a)



(b)

**Figure IV-79.** Micrographies d'un échantillon après un essai de fluage au refroidissement dans le domaine biphasé.

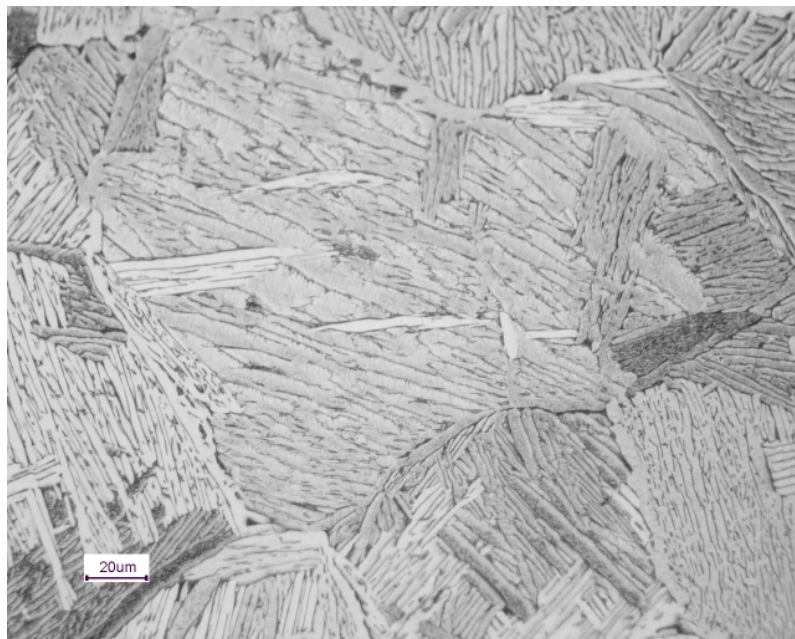
(a) : fluage 860 °C (35 min), (b) : fluage à 840 °C (40 min).



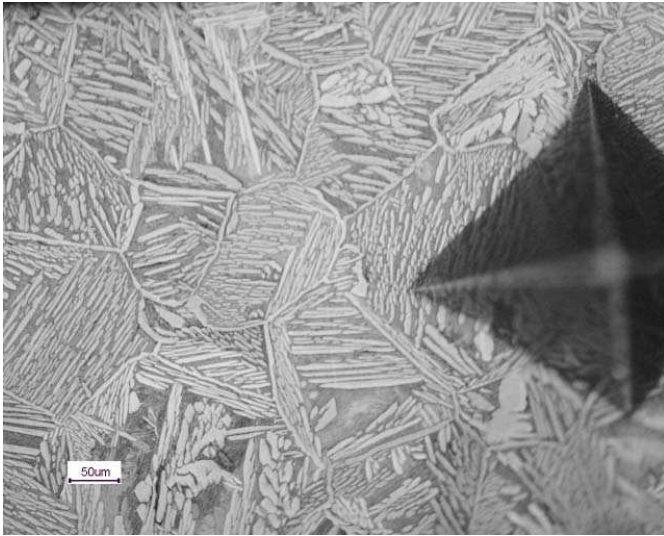
À 800 °C (94%  $\alpha$ ), la transformation est presque achevée (figure IV-80). La microstructure est presque entièrement formée de plaquettes  $\alpha$  avec quelques pour cent de  $\beta$ . On parle de plaquettes au lieu de lattes parce que des coupes successives réalisées sur un échantillon qui a subi un essai de fluage dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ) à 860 °C après passage par la phase  $\beta$  montrent qu'il s'agit bien de plaquettes et non de lattes (figure IV-81). Ces microstructures se forment de la manière suivante :

- germination d'un film à certains joints  $\beta$  (pas tous), croissance le long de ce joint  $\beta$ . L'interface  $\alpha/\beta$  semble instable par endroit (figure IV-79a) ;
- puis croissance de colonies de plaquettes relativement allongées, parallèles, vers l'intérieur du grain  $\beta$  ;
- trempe de ce qu'il reste de phase  $\beta$  en une microstructure très fine, de morphologie martensitique. Les directions de croissance (en 2D) de ces structures fines sont également les directions de croissance (en 2D) des plaquettes (figures IV-78a et b), ce qui amène à penser que les dites plaquettes ont un caractère cristallographique marqué (variants). Une étude exploratoire par EBSD (diffraction des électrons rétrodiffusés) semble indiquer que l'orientation cristalline des plaquettes d'une même colonie est commune.

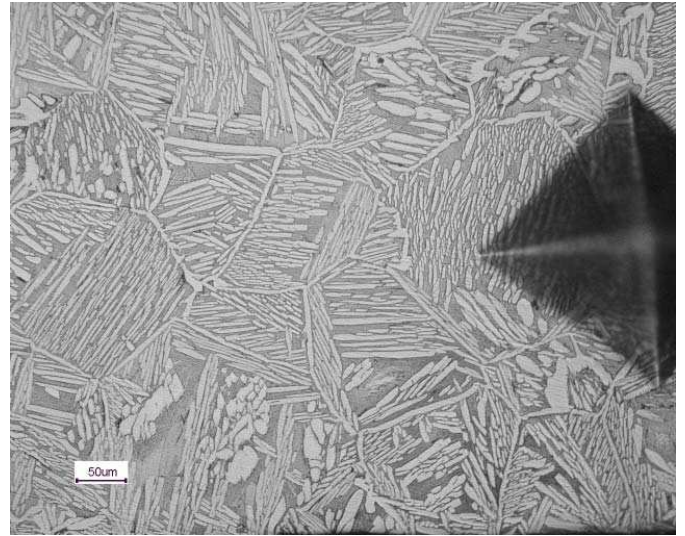
Ces microstructures en plaquettes obtenues au refroidissement très différentes des microstructures équiaxes obtenues au chauffage ont tendance à bloquer sensiblement le fluage du matériau dans le domaine biphasé.



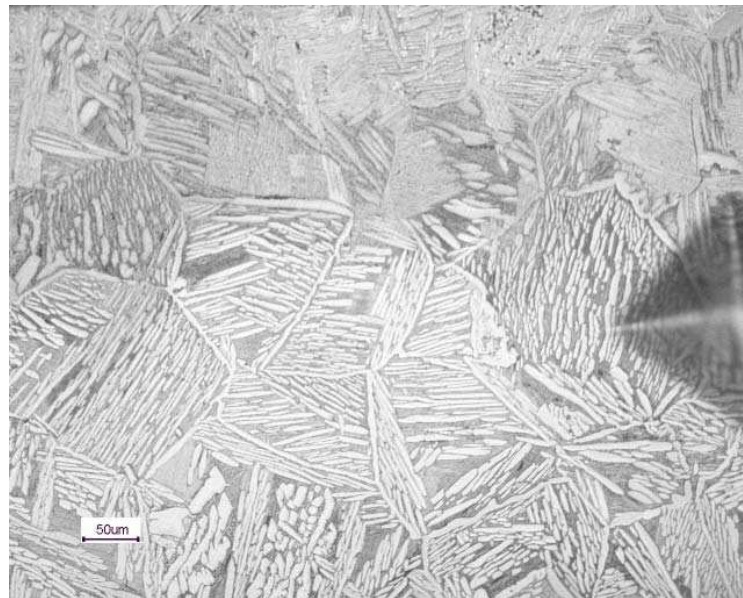
**Figure IV-80.** Micrographie d'un échantillon après un essai de fluage au refroidissement à 800 °C (274 min).



(1)



(2)



(3)

**Figure IV-81.** Microstructures après coupes successives d'un échantillon qui a subi un essai de fluage à 860 °C après traitement à 1050 °C.

### **Conclusion**

- On bloque le fluage à faibles contraintes ( $\sigma < 10$  MPa) après un traitement à 100 % $\beta$ .
- La microstructure évolue considérablement entre l'état de départ et après traitement en phase  $\beta$ .

### **Conclusion générale du chapitre**

- Nous avons construit une carte de déformation du type Ashby décrivant le comportement mécanique en fluage du matériau dans les domaines monophasés ( $\alpha$  et  $\beta$ ) et biphasé ( $\alpha + \beta$ ). Le comportement en fluage dans les domaines monophasés ( $\alpha$  et  $\beta$ ) a été modélisé par une loi du type Norton, alors que nous n'avons pas pu identifier une loi de comportement dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ) en raison du faible effet de la température.
- Le comportement mécanique en fluage du matériau dépend fortement de la microstructure. En effet, un traitement à 100 % $\beta$  ralentit fortement le fluage du matériau (surtout à faibles contraintes), alors qu'un traitement à 50 % $\beta$  l'accélère légèrement. Le fluage est ralenti à partir de l'apparition d'une microstructure bainitique en plaquettes. La microstructure du matériau évolue considérablement entre le chauffage et le refroidissement (en phase  $\alpha$  et en biphasé ( $\alpha + \beta$ )).

## **CHAPITRE V**

### **COMPORTEMENT EN FLUAGE ANISOTHERME ET PLASTICITE DE TRANSFORMATION**

## V.1 Introduction

Ce chapitre porte sur l'étude du comportement mécanique du matériau en fluage anisotherme, c'est-à-dire lors d'une variation de la température. En effet, et vu les déformations importantes en fluage dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ), il est important de voir si d'autres effets sont responsables de cette grande déformation (plasticité de transformation). Ces essais nous ont permis d'explorer le couplage entre chargement appliqué et transformation de phase, notamment :

- l'effet d'une contrainte sur la cinétique de transformation de phase ;
- l'effet de la transformation de phase sur le comportement sous charge (plasticité de transformation).

## V.2 Mise en œuvre des essais de rampe sous charge

### V.2.1 Description et conduite des essais

L'appareillage utilisé est le même que celui décrit dans le chapitre II et les éprouvettes sont identiques et instrumentées de la même façon que pour les essais de fluage isothermes.

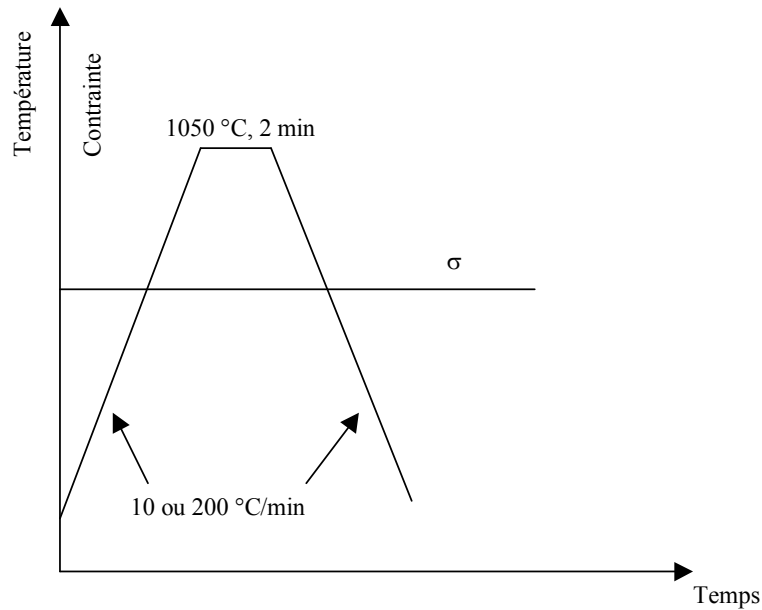
La figure V-1 indique le cycle thermomécanique appliqué : il s'agit d'essais de dilatométrie sous charge constante. Les vitesses de chauffage et de refroidissement retenues sont 10 et 200°C/min. Les charges appliquées s'échelonnent de 0 à 8 daN ce qui correspond à des contraintes initiales de 0 à 5 MPa. La contrainte de 5 MPa est appliquée uniquement au refroidissement en raison de la grande faculté de déformation du matériau lorsqu'il est situé dans le domaine  $\beta$ .

Les grandeurs mesurées sont la température, la charge, l'allongement, et la résistance électrique.

Le signal de résistance est traité de manière à ne retenir que les variations dues au changement de phase. En effet, deux paramètres entrent en jeu dans les variations de la résistivité au cours d'un essai. D'une part, il y a la variation avec la température (notamment avec le changement de phase), et d'autre part, il y a l'effet de la déformation due à la dilatation thermique et à la charge appliquée. Pour ne prendre en compte que les propriétés intrinsèques du matériau à travers la résistivité, nous avons retiré la contribution géométrique induite par la déformation totale. Pour une résistivité donnée, on a, dans des

conditions de déformation homogène dans toute la base de mesure,  $\frac{V}{V_0} \propto \left(\frac{l}{l_0}\right)^2$  avec  $V$  la tension mesurée par les prises de potentiel et  $l$  la longueur de la base de mesure de l'extensomètre laser, d'où la contribution (multiplicative) de la déformation est  $\left(\frac{l(T)}{l_0}\right)^2$ .

La cinétique de transformation pour chaque essai est calculée à partir de ce signal de résistivité traité.



**Figure V-1.** Cycle thermomécanique appliqué aux éprouvettes de rampe sous charge.

## **V.2.2 Résultats du comportement dilatométrique de l'alliage**

### **V.2.2.1 Comportement dilatométrique à charge nulle**

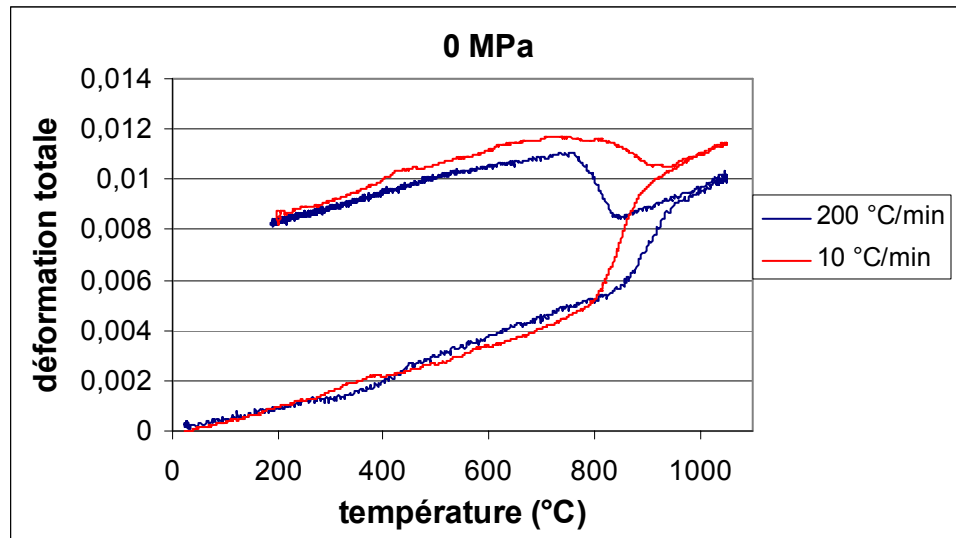
La figure V-2 montre les courbes de dilatométrie à charge nulle à 10 °C/min et à 200 °C/min.

Au chauffage, en phase  $\alpha$ , le coefficient de dilatation mesuré entre 20 et 600 °C est de  $5.9 \cdot 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ . Au refroidissement, il est de  $5.4 \cdot 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ . Ces résultats sont en bon accord avec ceux trouvés dans la littérature [COU69, FRE01]. La différence relevée entre le chauffage et le refroidissement correspond probablement à un changement de texture dû au passage par la phase  $\beta$ . En effet, il est connu qu'un traitement  $\beta$  tend à effacer la texture initiale pour la rendre quasi isotrope [BRA98]. La phase  $\beta$  possède le même coefficient de dilatation thermique au chauffage et au refroidissement entre 950 et 1100 °C :  $1.1 \cdot 10^{-5} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ .

La transformation de phase est telle que, au chauffage, le changement de volume  $(V_{\beta} - V_{\alpha}) / V_{\alpha} = -0.01$  [GAU59]. Cela doit se traduire par une contraction volumique au chauffage et une expansion volumique au refroidissement. Au refroidissement, une extension est bien mesurée. En revanche, au chauffage, au lieu de la contraction attendue, il se produit une extension importante. Plusieurs raisons peuvent être invoquées pour l'expliquer. D'une part, une étude du CEA [BRA98] indique que, dans un matériau texturé, et c'est le cas des gaines, en fonction du sens de prélèvement de l'éprouvette, la transformation de phase peut se traduire au chauffage par une contraction ou une extension. Il semblerait donc que l'effet de texture puisse expliquer ce phénomène. Ceci est confirmé lorsque l'on calcule à partir du mécanisme de Burgers [BUR34] la transformation d'un monocristal de zirconium alpha en zirconium bêta [FRE01].

Les deux courbes de dilatométrie enregistrées à 200°C/min et à 10 °C/min présentent un aspect similaire. Néanmoins, l'extension provoquée par la transformation de phase au chauffage à 10 °C/min est légèrement plus importante que celle à 200 °C/min (0.4 % à 10 °C/min contre 0.31 % à 200 °C/min), alors qu'au refroidissement, le comportement à 200°C/min est pratiquement identique à celui à 10°C/min. Cette différence au chauffage

est due au fait que la contrainte appliquée n'est pas totalement nulle compte tenu des incertitudes de mesures (annexe 1) d'où l'effet possible de la vitesse de chauffage sur le comportement dilatométrique au chauffage durant le changement de phase  $\alpha \rightarrow \beta$ . Ces courbes à charge nulle vont servir de courbes de référence pour le dépouillement des essais sous charge. On voit, par ailleurs, que même à charge nulle, on obtient une déformation maximale de 1.1 à 1.2 % ce qui ne nous permet pas d'appliquer des contraintes élevées lors de ces essais.



**Figure V-2.** essais de dilatométrie sans charge appliquée à 10 et 200 °C/min.

#### V.2.2.2 Comportement dilatométrique sous charge

Les figures V-3 et V-4 nous montrent l'effet d'une contrainte sur le comportement dilatométrique des gaines du Zr-1%NbO. Les contraintes appliquées sont 1, 2, 2.5 , et 3 MPa pour une vitesse de chauffage et de refroidissement de 200 °C/min, et de 1, et 2 MPa pour une vitesse de chauffage et de refroidissement de 10 °C/min. Le tableau V-1 donne les déformations au chauffage dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ) à 200 °C/min et à 10 °C/min (la transformation est repérée grâce au signal de résistivité). En raison de la grande déformation (perte du signal laser), l'essai à 10 °C/min pour 2 MPa est arrêté à 1000 °C.

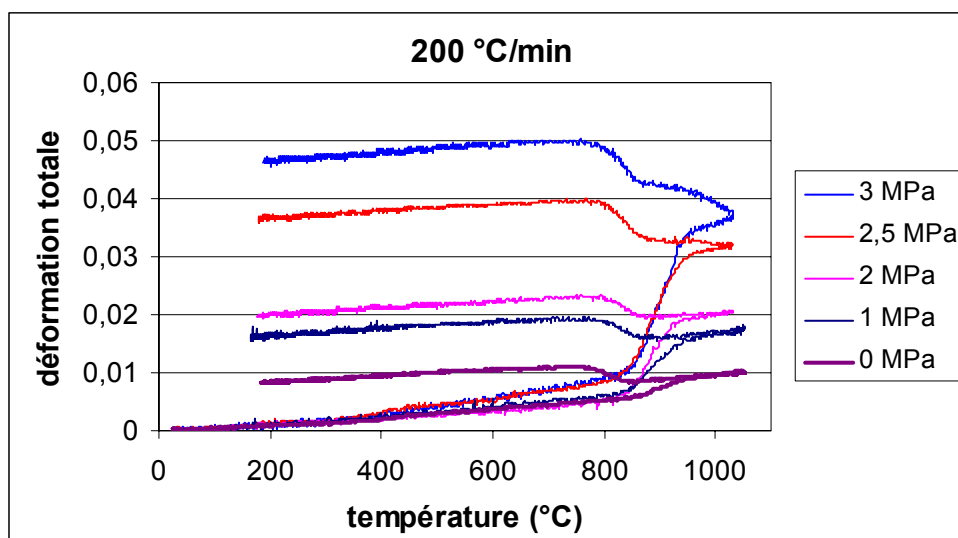
<b>Tableau V-1. Déformation dans le domaine biphasé en fonction de la vitesse de chauffage</b>						
	<b>200 °C/min</b>				<b>10 °C/min</b>	
$\sigma$ (MPa)	1	2	2.5	3	1	2
$\varepsilon$	0.0065	0.01	0.018	0.023	0.046	0.15

Nous constatons qu'il n'y a pas d'effet notable des contraintes appliquées sur le comportement dilatométrique des gaines dans les domaines monophasés  $\alpha$  et  $\beta$  soit au chauffage soit au refroidissement. Par contre, l'effet de la contrainte appliquée au chauffage est nettement visible dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ). Cet effet est d'autant plus accentué que la vitesse de chauffage est lente, alors qu'au refroidissement cet effet de contraintes n'est pas observé. On met ainsi en évidence une grande influence de la vitesse de chauffage sur le comportement dilatométrique du matériau.

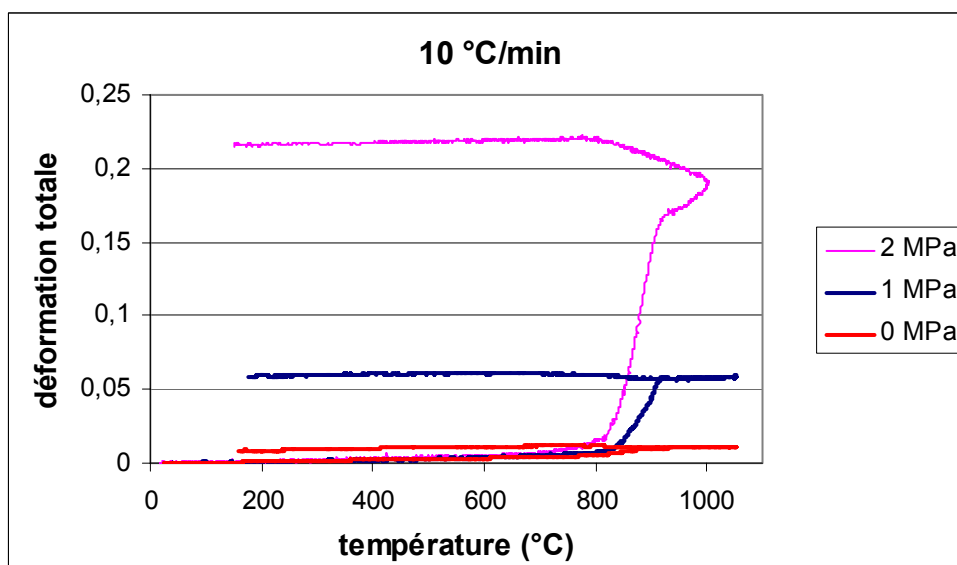
Les figures V-5 et V-6 montrent deux micrographies représentatives obtenues lors des essais de fluage anisotherme, l'une avec une vitesse de chauffage et de refroidissement de

10 °C/min et l'autre avec une vitesse de 200 °C/min. Nous constatons que même avec une vitesse de refroidissement de 10 °C/min, l'alliage se trempe bien. Le matériau est complètement transformé et renferme des lattes bainitiques (ex bêta) plus au moins épaisses suivant la vitesse de refroidissement.

Nous constatons aussi que le comportement dilatométrique du Zr-1%NbO au chauffage et au refroidissement pour les deux vitesses étudiées est complètement différent. En effet, le matériau se déforme beaucoup plus au chauffage qu'au refroidissement. Ce phénomène est probablement dû à l'effet de la microstructure qui est très différente dans le domaine biphasé entre l'état de départ (chauffage) et après passage par la phase  $\beta$  (refroidissement) (figures V-7 et V-8). En effet la microstructure équiaxe (figure V-7) se déforme plus que la microstructure bainitique (figure V-8).

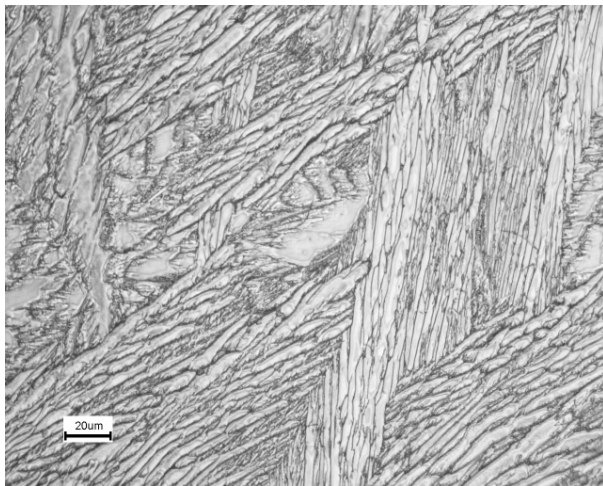


**Figure V-3.** Essais de dilatométrie sous charge à 200 °C/min.

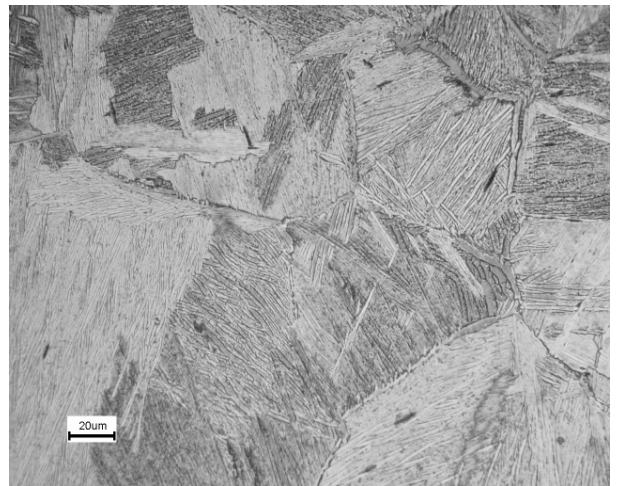


**Figure V-4.** Essais de dilatométrie sous charge à 10 °C/min.

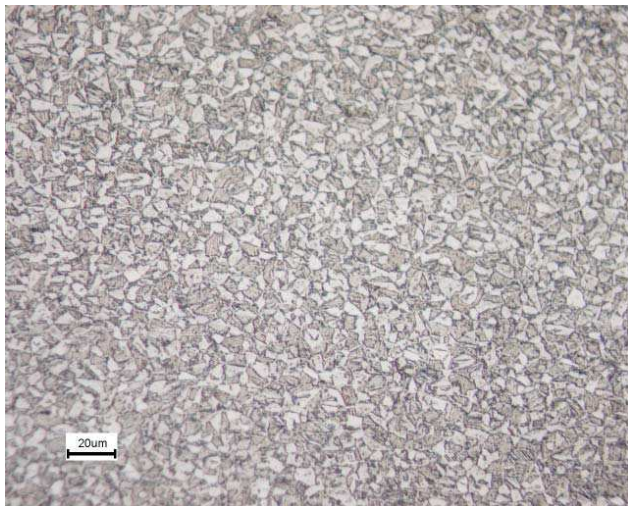




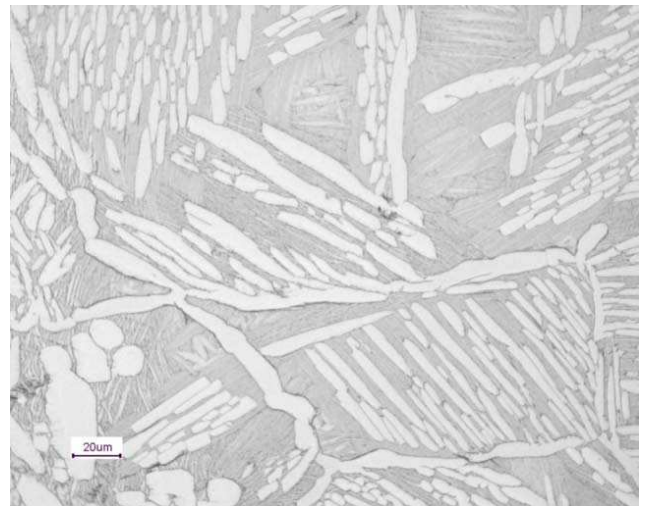
**Figure V-5.** Microstructure après une rampe à 1050 °C (10 °C/min, attaque 1). Microscopie optique.



**Figure V-6.** Microstructure après une rampe à 1050 °C (200 °C/min, attaque 1). Microscopie optique.



**Figure V-7.** Microstructure après chauffage à 865 °C.



**Figure V-8.** Microstructure après traitement 1050 °C, refroidissement à 860 °C.

## **Conclusions**

Ces essais nous ont permis de mettre en évidence un allongement important du matériau lors du chauffage. Cet effet est observé même pour des contraintes appliquées faibles. Le phénomène responsable de ces grandes déformation (fluage ou bien plasticité de transformation) sera étudié dans la suite de ce chapitre après l'étude des cinétiques de transformation de phase sous charge.

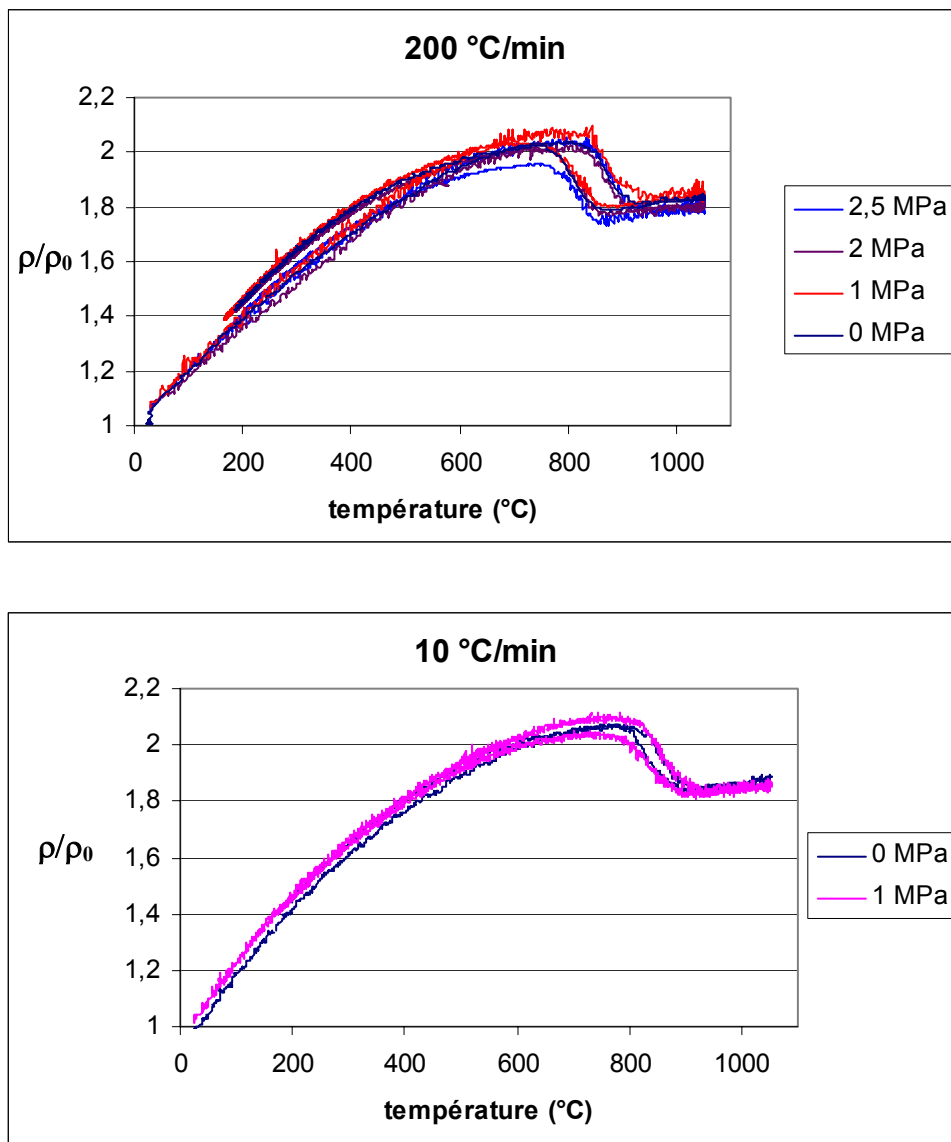
### **V.2.3 Cinétiques de transformation de phase sous charge**

#### **V.2.3.1 Effet de la charge appliquée sur les cinétiques de transformation**

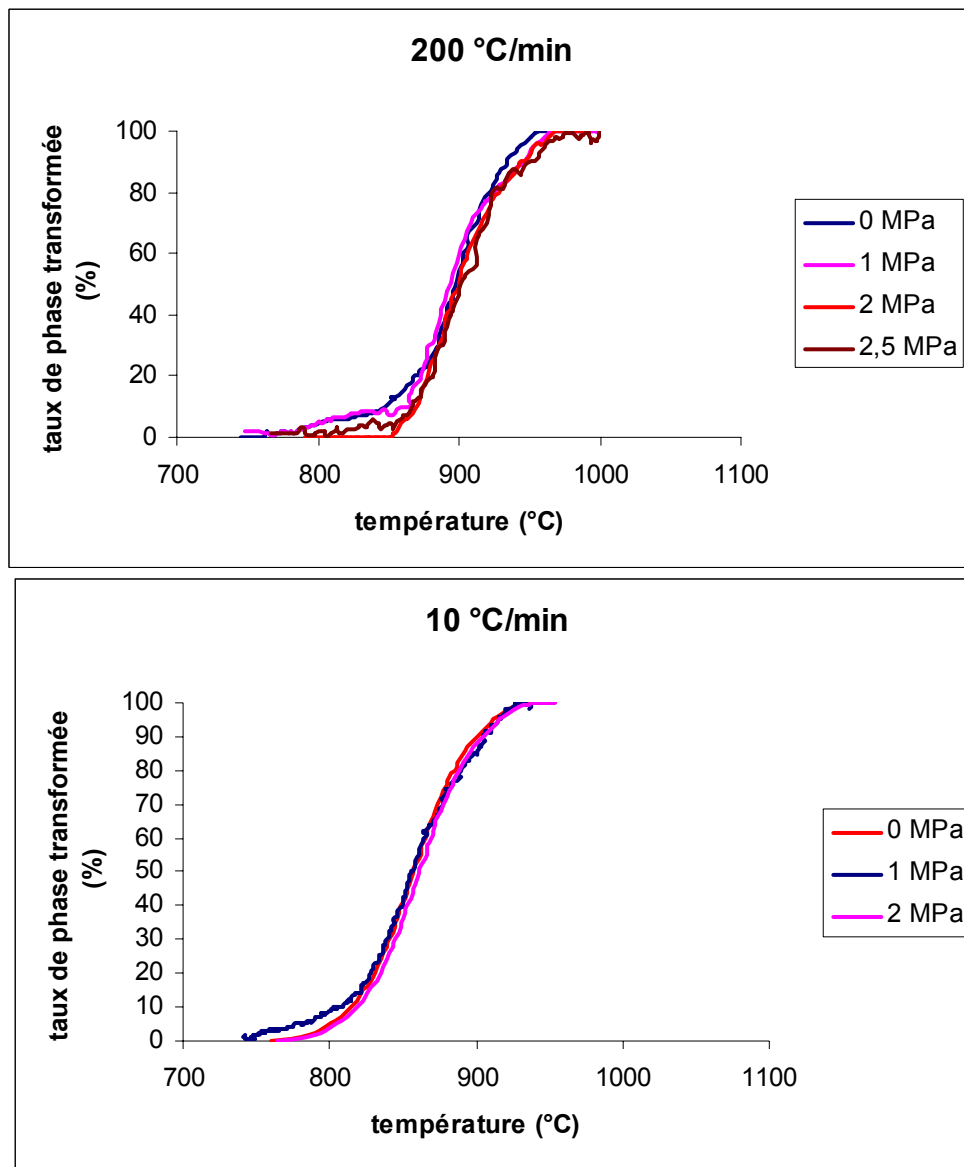
La figure V-9 montre les courbes de variation relative de la résistivité pour plusieurs essais effectués à 10 et 200°C/min. Pour les deux vitesses, les courbes obtenues à des charges différentes se superposent. Les cinétiques de transformation de phase pour tous les essais à

une même vitesse de chauffage et de refroidissement sont donc sensiblement identiques et indépendantes de la contrainte appliquée.

Les résultats reportés sur la figure V-10 indiquent que la cinétique du changement de phase n'est pas significativement modifiée par les charges appliquées. Une contrainte inférieure à 2.5 MPa ( pour une vitesse de chauffage de 200 °C/min) ne modifie pas la cinétique de la transformation  $\alpha \leftrightarrow \beta$  dans le Zr-1%NbO. Pour des contraintes supérieures à 2.5 MPa (200 °C/ min) et 2 MPa (10 °C/min), il est délicat d'utiliser les courbes de résistivité à cause de l'importante déformation du matériau. Il semblerait que les températures de transformation ne soient pas significativement modifiées par la charge mais il est plus difficile de conclure quant à la cinétique.



**Figure V-9.** Courbes de résistivité à 10 et 200 °C/min et à différentes contraintes nominales.



**Figure V-10.** Cinétiques de changement de phase au chauffage à 200 °C/min et 10 °C/min.

### Conclusions

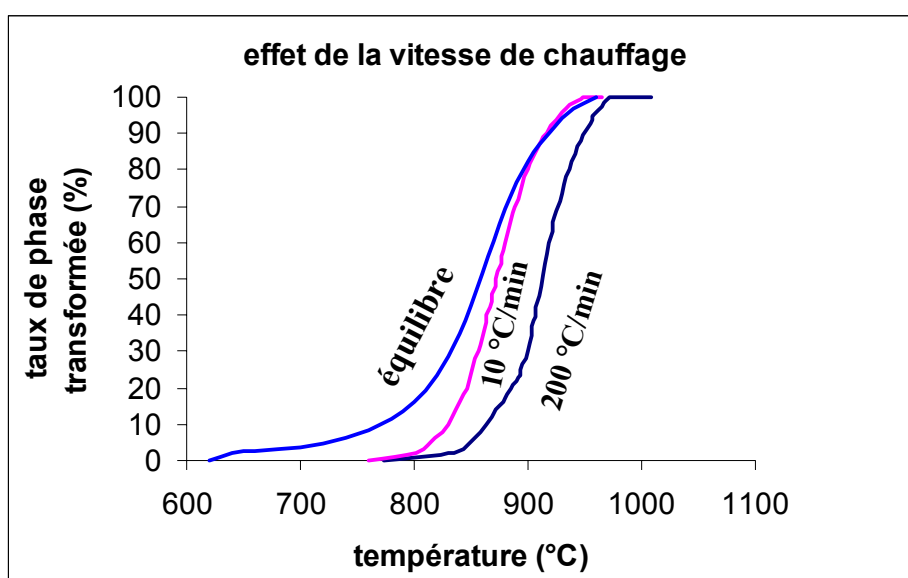
Ces essais de transformation sous charge ont permis de montrer qu'il n'existe pas :

- d'évolution de la microstructure entre les essais de fluage et les mêmes essais anisothermes réalisés à  $\sigma = 0$  ;
- d'influence du chargement mécanique sur la cinétique de transformation  $\alpha \rightarrow \beta$ .

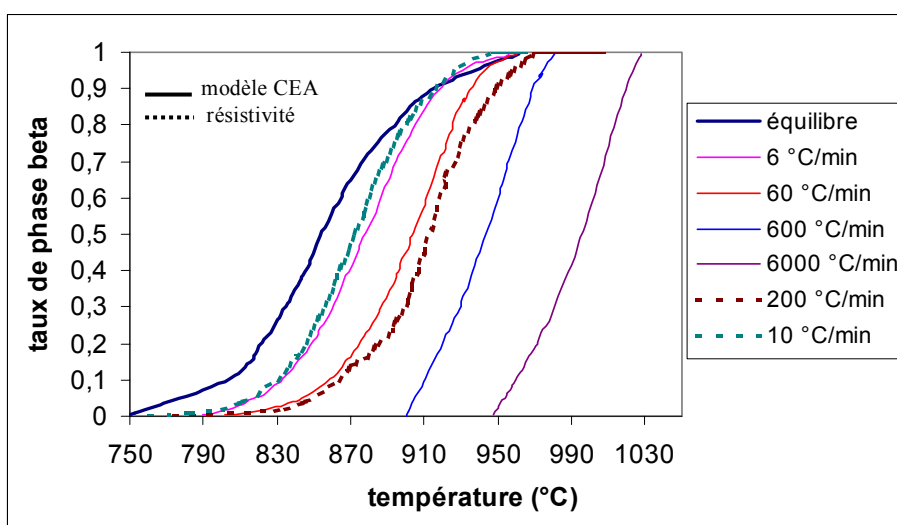
Rappelons également que nous n'avons pas observé d'évolution de la résistivité au cours des essais de fluage isotherme.

### V.2.3.2 Effet de la vitesse de chauffage sur les cinétiques de transformation

La figure V-11 représente la variation du taux de phase transformée au chauffage en fonction de la température pour les deux vitesses testées lors des essais de fluage anisotherme (200 °C/min et 10 °C/min) et à l'équilibre [DUP99]. Cette figure montre clairement l'effet de la vitesse de chauffage sur les cinétiques de transformation du matériau étudié. Forgeron et coll. (CEA) [FOR00], dans une étude des cinétiques de transformation d'un alliage Zr-1%NbO, ont également montré l'effet de la vitesse de chauffage sur les cinétiques de transformation sur l'alliage étudié. Le modèle du CEA a été validé sur des essais de calorimétrie sous vide primaire. Vu le bon accord expérimental résistivité/calorimétrie à 10 °C/min, nous avons comparé les résultats obtenus par résistivité sous vide secondaire au modèle du CEA. Nos résultats sont en bon accord avec ceux du CEA (figure V-12), si on tient compte des vitesses de chauffage légèrement différentes.



**Figure V-11.** Variation du taux de phase transformée en fonction de la température à l'équilibre à 200 °C/min et à 10 °C/min.



**Figure V-12.** Comparaison des cinétiques de transformation  $\alpha \rightarrow \beta$  obtenues par le modèle CEA et par résistivité.

### V.3 Plasticité de transformation

À cause de la grande déformation du matériau observée dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ) lors du chauffage, nous avons décidé de voir si cette déformation est induite par la transformation de phase  $\alpha \rightarrow \beta$  (plasticité de transformation), ou bien si elle est principalement due au fluage du matériau ou est due à une combinaison des deux effets. Cette étude nous permettra de conclure sur l'existence d'un couplage éventuel entre (faible) chargement mécanique et transformation de phase  $\alpha \rightarrow \beta$  dans cet alliage.

#### V.3.1 Rappels sur la plasticité de transformation

La plasticité de transformation est une déformation plastique engendrée par le seul effet d'un changement de phase. Une déformation de plasticité de transformation se produit pendant un changement de phase, sous l'action de contraintes éventuellement inférieures aux limites d'élasticité de chacune des phases.

Ce phénomène de plasticité de transformation a surtout été étudié dans les aciers subissant des transformations perlitique et martensitique [POR59, DEJ61, GAU87, GAU95, FIS00, CLI64, TOM00, IWA04]. Il a également été mis en évidence sur de nombreux autres matériaux présentant une transformation de phase (fer, uranium, titane, zirconium... [GRE65, ZWI98]).

De ces travaux, deux idées maîtresses se dégagent [GAU87] :

- la plasticité de transformation est due à l'orientation de l'écoulement plastique autour des particules qui se transforment. La variation volumique lors de la transformation crée un champ de contraintes internes auquel va se superposer la contrainte appliquée qui va orienter l'écoulement plastique [DEJ61, GRE65] ;
- dans le cas de la transformation martensitique, la plasticité de transformation peut être due à une orientation par la contrainte appliquée des variants de martensite dans des directions privilégiées. Cette contribution à la plasticité de transformation est réversible lorsque le matériau subit une transformation inverse [MAG66]. C'est le principe des alliages à mémoire de forme.

Ces idées de base sont bien établies. Les modèles conduisent le plus souvent à des variations linéaires de la déformation de plasticité de transformation avec la contrainte appliquée pour une transformation totale, ce qui a été proposé par Zwigl et coll. [ZWI98] pour décrire la variation de la plasticité de transformation en fonction de la contrainte appliquée dans le zirconium lors d'une transformation  $\alpha \rightarrow \beta$  complète.

### V.3.2 Résultats et interprétation

Pour calculer les déformations de plasticité de transformation, la plupart des auteurs [LER88, LEB89] proposent d'écrire les déformations totales comme une somme de plusieurs termes. Sans chercher à expliciter les différentes contributions à la plasticité de transformation, la déformation totale peut s'écrire sous la forme :

$$\varepsilon^{\text{totale}} = \varepsilon^{\sigma=0} + \varepsilon^{\text{VP}} + \varepsilon^{\text{PT}} \quad \text{V-1}$$

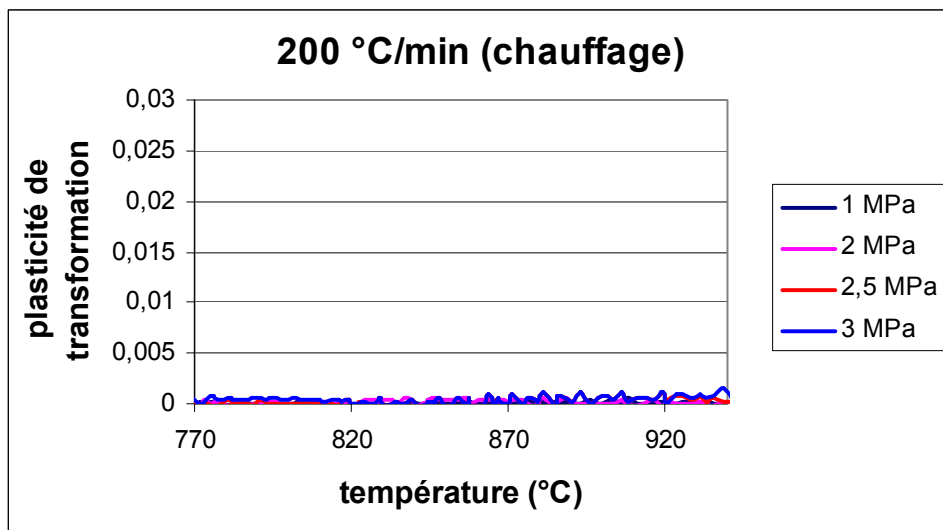
$\varepsilon^{\sigma=0}$  correspond à la déformation sans charge appliquée. Elle comporte une part de dilatation thermique et la déformation engendrée par la transformation de phase libre de contrainte appliquée.  $\varepsilon^{\text{VP}}$  est la déformation viscoplastique de l'échantillon sous l'action de la charge appliquée sans prendre en compte l'effet de la transformation de phase.  $\varepsilon^{\text{PT}}$  est la plasticité de transformation et  $\varepsilon^{\text{totale}}$  la déformation totale de l'éprouvette. Cette décomposition est couramment admise dans la littérature.

La composante  $\varepsilon^{\sigma=0}$  est déterminée expérimentalement. La déformation  $\varepsilon^{\text{VP}}$  est évaluée de manière expérimentale à l'aide d'essais de fluage isotherme à différentes températures (chapitre IV). La déformation totale  $\varepsilon^{\text{totale}}$  est mesurée expérimentalement, ce qui permet de calculer la composante  $\varepsilon^{\text{PT}}$  par différence.

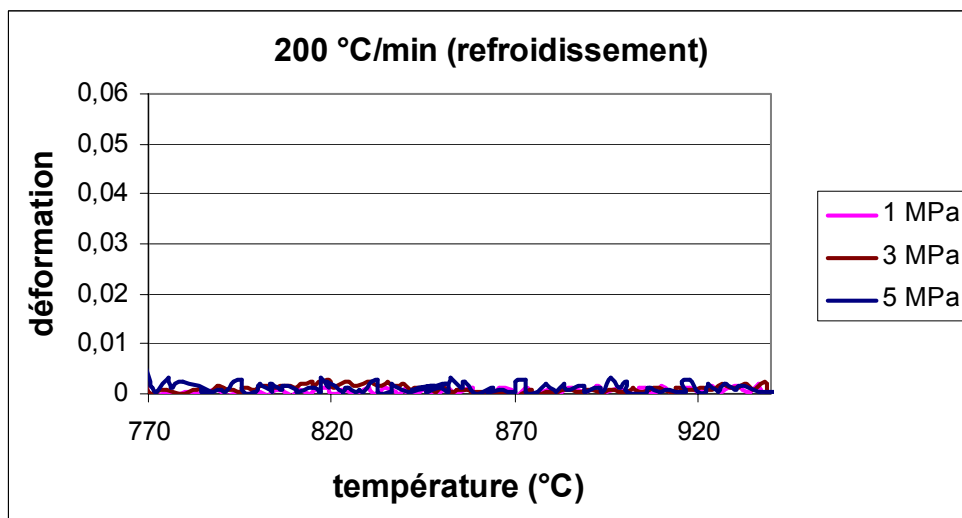
La méthode décrite précédemment a été appliquée pour évaluer la plasticité de transformation lors des essais de dilatométrie sous charge. Dans notre cas, le terme  $\varepsilon^{\sigma=0}$  correspond à la déformation enregistrée lors des essais sans charge appliquée ( $\sigma = 0$ ) et le terme  $\varepsilon^{\text{VP}}$  peut se déduire des résultats de fluage isotherme au chauffage et au refroidissement.

Grâce aux essais de fluage isotherme, nous connaissons l'évolution de la vitesse de déformation du matériau en fonction de la contrainte et la température en phase  $\alpha$  et en phase  $\beta$ . Dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ), nous n'avons pas établi de loi d'évolution de la vitesse de déformation en fonction de la température. Nous disposons seulement de l'évolution de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte à quelques températures données du domaine biphasé. La déformation due au fluage ( $\alpha + \beta$ ) a été enlevée en utilisant les résultats expérimentaux du fluage au chauffage et au refroidissement dans ce domaine et en intégrant point par point en fonction des contraintes appliquées (paragraphe IV.3.3, chapitre IV). La déformation de plasticité de transformation est alors calculée par différence.

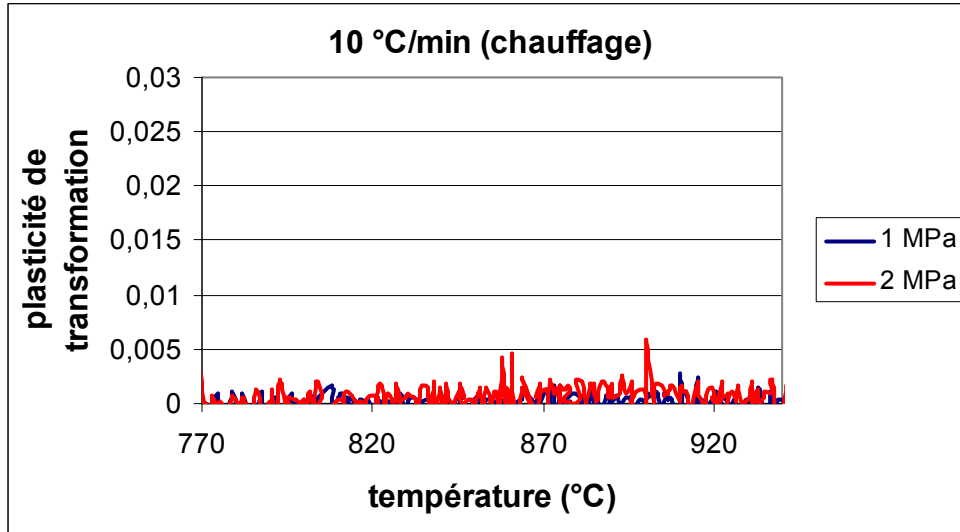
Les figures V-13 à V-16 regroupent la variation de la plasticité de transformation ainsi estimée en fonction de la température pour les deux vitesses de chauffage et de refroidissement. D'après ces figures, nous constatons qu'il n'y a pas d'effet de plasticité de transformation pour le domaine de contraintes exploré et pour les deux vitesses de chauffage et de refroidissement testées. En effet, et en comparaison aux résultats de fluage dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ), il est clair que dans ce domaine de contrainte c'est le fluage qui l'emporte, d'où l'intérêt d'essayer de développer un modèle pour décrire le comportement en fluage du matériau dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ) (voir chapitre VI).



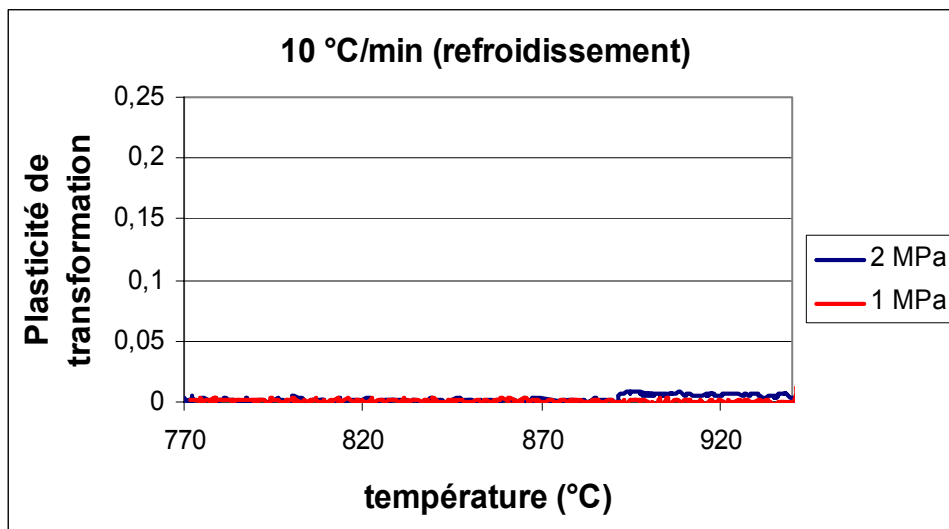
**Figure V-13.** Variation de la plasticité de transformation en fonction de la température pour une vitesse de chauffage de 200 °C/min.



**Figure V-14.** Variation de la plasticité de transformation en fonction de la température pour une vitesse de refroidissement de 200 °C/min.



**Figure V-15.** Variation de la plasticité de transformation en fonction de la température pour une vitesse de chauffage de 10 °C/min.



**Figure V-16.** Variation de la plasticité de transformation en fonction de la température pour une vitesse de refroidissement de 10 °C/min.

### **Conclusions**

L'étude du comportement en fluage anisotherme et de la plasticité de transformation nous ont permis de tirer les conclusions suivantes :

- le comportement dilatométrique du matériau est différent entre le chauffage et le refroidissement même, si dans les deux cas le matériau s'allonge lors du changement de phase  $\alpha \rightarrow \beta$ . En effet, il se déforme plus au chauffage qu'au refroidissement. La vitesse de chauffage a un effet notable sur ce comportement dilatométrique en



particulier dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ). Cette asymétrie est presque exclusivement due à l'asymétrie du comportement en fluage ;

- on constate un effet notable de la vitesse de chauffage sur les cinétiques de transformation ;
- Il n'existe pas d'effet d'une (faible) contrainte sur la cinétique de transformation de phase ( $\sigma \leq 5 \text{ MPa}$ ) ;
- On n'observe pas de couplage entre transformation de phase et chargement mécanique (faibles contraintes) ;
- Il n'existe pas de plasticité de transformation macroscopique, que la transformation soit manifestement diffusive (au chauffage) ou avec une composante bainitique plus au moins marquée et la présence de variants cristallographiques (au refroidissement).

## **CHAPITRE VI**

### **MODELISATION DU COMPORTEMENT MECANIQUE EN FLUAGE DANS LE DOMAINE BIPHASE**

## VI.1 Introduction

Ce chapitre est consacré à la modélisation du fluage dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ) au chauffage et au refroidissement. En effet, vu la difficulté d'identifier une loi de comportement en raison du faible effet de la température sur le comportement de l'alliage dans ce domaine, nous avons décidé d'utiliser un calcul éléments finis sur grains équiaxes pour examiner les effets purement géométriques de la microstructure sur les propriétés en fluage. Deux configurations ont été étudiées :

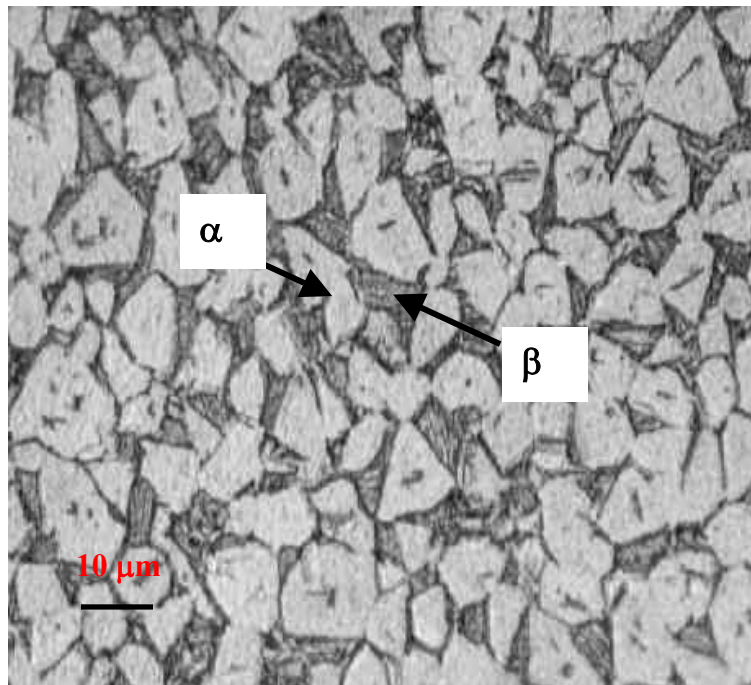
- Calculs 2D et 3D en utilisant les cellules de Voronoï ;
- Calcul en utilisant un maillage de microstructure formée de joints de grains  $\alpha$  « épais » constitués de phase  $\beta$ .

De tels calculs sont réalisés en utilisant le logiciel Zébulon qui est développé au Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris [CAI94, FOR00].

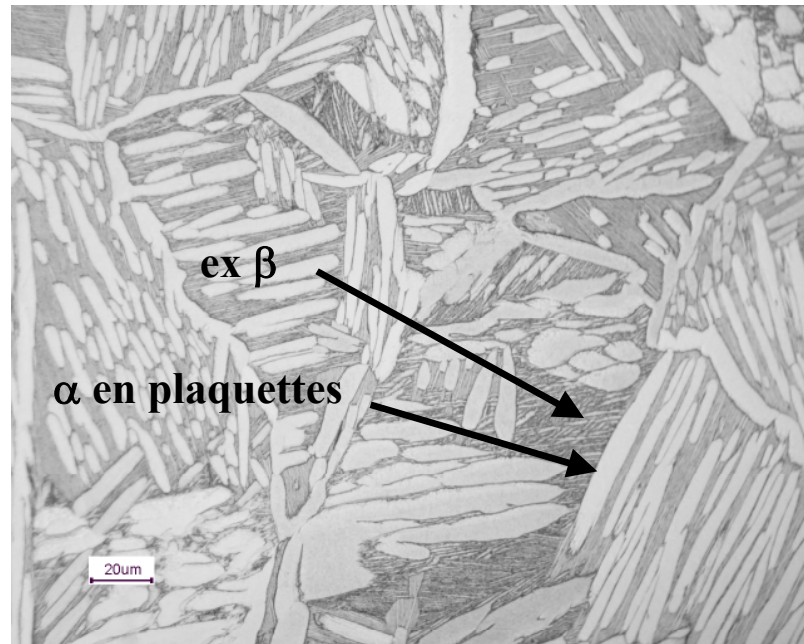
## VI.2 Calcul Voronoï 2D et 3D

### VI.2.1 Techniques de génération de microstructures par les cellules de Voronoï

Les matériaux métalliques présentent une grande variété de microstructures. Celles ci peuvent être monophasées ou multiphasées, avec des morphologies de grains simples ou complexes. Dans ce chapitre, on va se limiter au cas des microstructures biphasées. En particulier, dans le cas de l'alliage Zr-1%NbO, deux types de microstructures seront décrites : une biphasée au chauffage (figure VI-1) et une biphasée au refroidissement (figure VI-2) avec un taux de phase transformée ( $\beta$  au chauffage et  $\alpha$  au refroidissement) qui varie avec la température.



**Figure VI-1.** Exemple d'une microstructure biphasée au chauffage (50 %  $\beta$ ).



**Figure VI-2.** Exemple d'une microstructure biphasée au refroidissement (50 %  $\alpha$ ).

Deux techniques différentes ont été utilisées pour générer les microstructures bidimensionnelles (2D) et tridimensionnelles (3D).

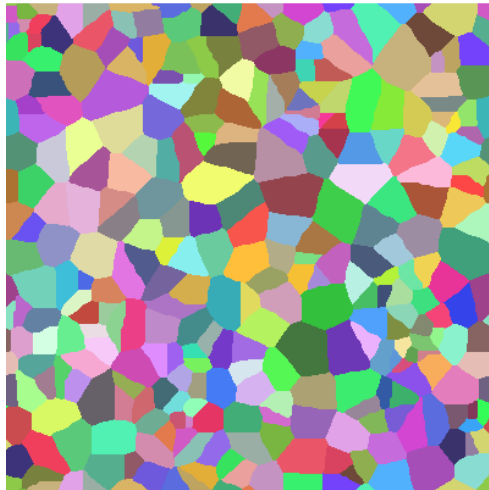
Ces deux méthodes sont basées sur une partition de l'espace par des polyèdres de Voronoï.

Decker et Jeulin décrivent formellement ces polyèdres [DEC99]. Il s'agit des zones d'influence d'un ensemble de points aléatoires particuliers, qui correspondent à leur centres. Soit  $D \subset \mathbb{R}^3$  un domaine réel, et  $E = \{A_i\}$  un ensemble de  $N$  points distincts appelés germes tels que  $A_i \in D$ . Si  $d(P_1, P_2)$  est la distance euclidienne entre deux points quelconques  $P_1$  et  $P_2$ , la zone d'influence de l'un des centres  $A_i$  est définie par :

$$iz(A_i) = \{P(x, y, z) \in D \mid d(P, A_i) < d(P, A_j) \forall j \neq i\} \quad (VI.1)$$

En terme plus physique, un point appartient à la zone d'influence d'un germe  $A_i$  s'il est plus proche de  $A_i$  que de tout autre germe.

Les centres des polyèdres, ou germes, peuvent être distribués dans l'espace suivant différents modèles aléatoires. Le plus simple est le processus de Poisson, pour lequel les germes correspondent à une réalisation de points aléatoires indépendants, vérifiant une distribution spatiale uniforme. Ce modèle aléatoire ne permet pas de contrôler la distribution des tailles de grains. La figure VI-3 montre une assez grande dispersion dans le cas d'un agrégat de 300 grains. C'est un modèle périodique qui permet d'atteindre un comportement macro du volume élémentaire représentatif (VER).

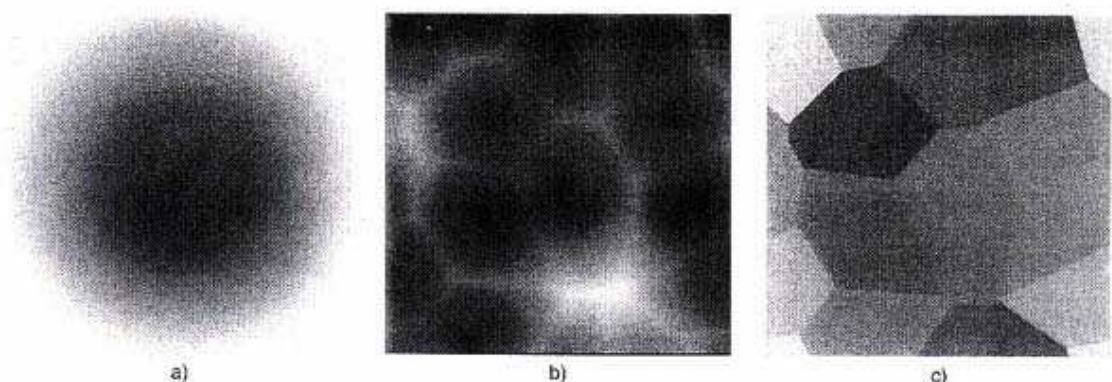


**Figure VI-3.** Agrégat de 300 grains généré par les polyèdres de Voronoï (2D).

Dans le cas 2D, la génération effective des polyèdres de Voronoï est obtenue en définissant explicitement les coordonnées de leurs frontières. Ce sont les plans médiateurs associés à tous les couples  $(A_i A_j)$  qui sont proches voisins.

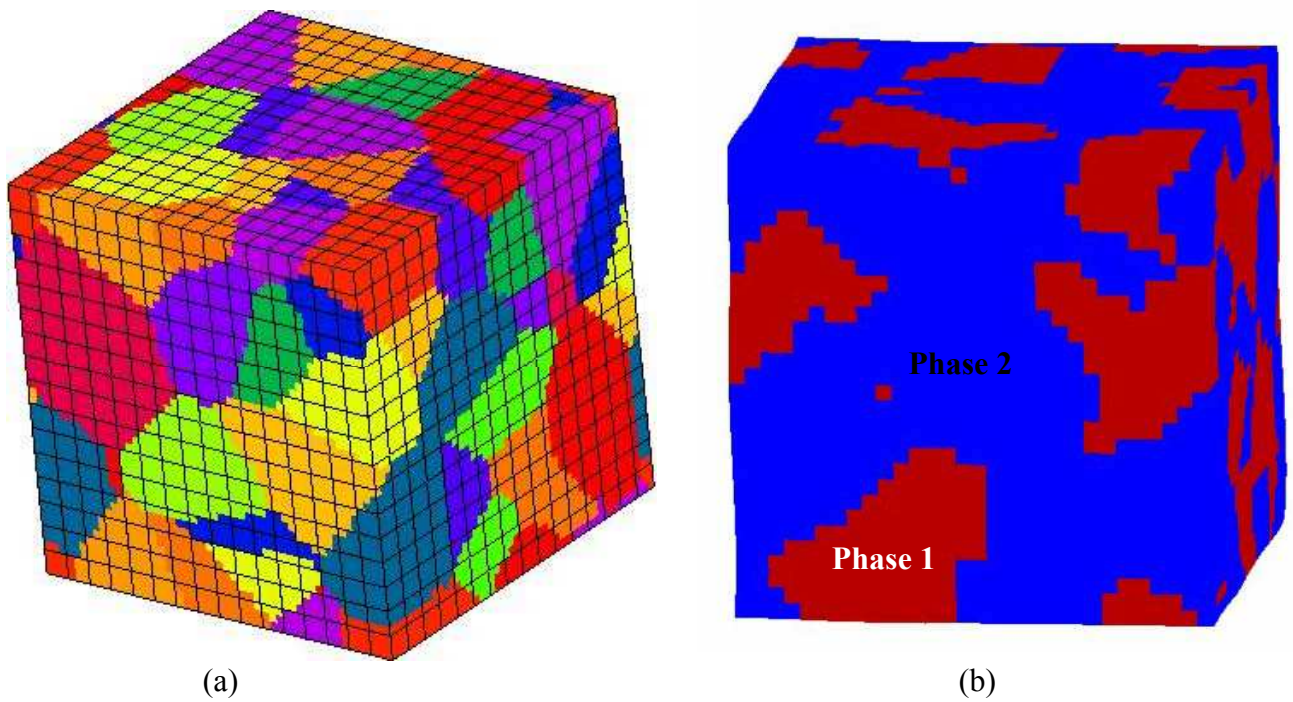
Pour le cas 3D, nous avons utilisé un module développé par Decker et Jeulin [DEC99]. Dans ce cas l'espace correspond à une image digitale tridimensionnelle dont la plus petite entité volumique est le voxel. Il s'agit alors d'attribuer à chaque voxel le label du polyèdre auquel il appartient. Pour obtenir cette partition à partir d'une distribution de germes donnée, une fonction distance est calculée à partir de chaque germe, pour reproduire un processus de croissance isotrope. La figure VI-4 montre l'illustration graphique en 2D de cette fonction distance pour une source, à l'aide de nuance de gris [DEC99].

Par ailleurs, si l'on attribue aléatoirement une phase (ou constituant) à chaque grain en respectant une distribution donnée, on engendre un modèle polycristallin multiphasé. La répartition spatiale des phases peut, soit être uniforme, soit résulter d'un modèle aléatoire sous-jacent, et dans ce cas les phases sont réparties de manière non indépendante entre polyèdres. Pour ce faire, on affecte à chaque polyèdre la couleur ou la valeur de gris prise par son centre dans une seconde image, appelée carte de phases. La figure VI-5 montre un exemple de réalisation 3D obtenu à l'aide de cette méthode.



**Figure VI-4.** Illustration du mode de génération d'une partition du plan par des polyèdres de Voronoï (cas périodique).

a) Fonction distance d'une source, b) Fonction distance construite à partir de plusieurs sources, c) Partition finale du plan par segmentation et étiquetage.

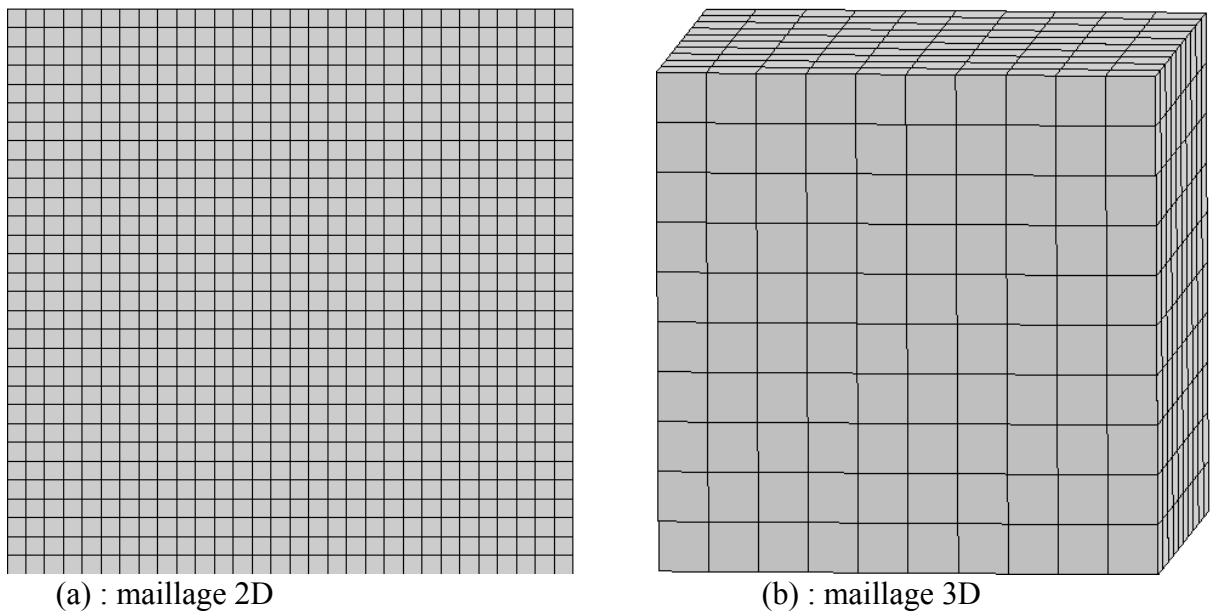


**Figure VI-5.** Exemple de réalisation Voronoï 3D.

(a) Polyèdres de Voronoï, (b) Extraction des phases

## VI.2.2 Maillage de microstructures 2D et 3D

Deux maillages ont été utilisés pour mailler les microstructures (figure VI-6). Un maillage quadratique 2D (900 éléments), et un maillage cubique 3D (1000 éléments), ces maillages sont ensuite superposés avec les microstructures générées en utilisant les cellules de Voronoï.



(a) : maillage 2D

(b) : maillage 3D

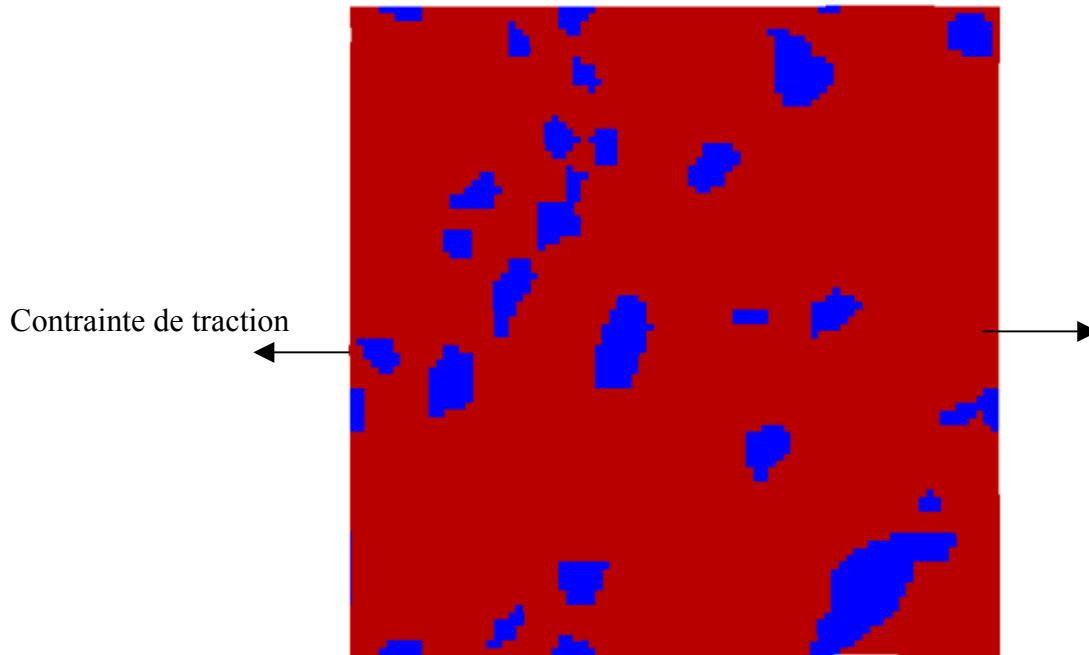
**Figure VI-6.** Maillages utilisés



## VI.2.3 Résultats et interprétations

### VI.2.3.1 Calcul Voronoï 2D au chauffage

Le calcul est réalisé en traction (figure VI-7) et en contrainte plane (en raison de la faible épaisseur du tube) pour un agrégat de 300 grains. Un calcul comparatif pour 300, 600, et 800 grains a montré qu'il n'y a pas de différence notable de la vitesse de déformation d'où le choix d'un agrégat contenant 300 grains pour les calculs Voronoï 2D. Il s'agit d'un calcul en fluage se basant sur une loi de Norton du type :  $\dot{\rho} = \left(\frac{\sigma}{k}\right)^n$  avec un double potentiel pour  $\alpha$  tenant compte des deux régimes de fluage déterminés au chapitre IV et un seul pour  $\beta$ .



**Figure VI-7.** illustration de la direction de traction lors des calculs Voronoï 2D.

- **Lois de comportement**

Les lois de comportement utilisées pour le calcul sont celles déterminées dans les domaines monophasés ( $\alpha$  et  $\beta$ ) (chapitre IV) et extrapolées ensuite dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ). On fait correspondre la température et le taux de phase  $\beta$  transformée selon les mesures de résistivité. A noter que lors des essais de fluage, un seul régime de fluage a été identifié : il s'agit du fluage secondaire.

#### 1) En phase $\alpha$

- Faibles contraintes ( $n = 1$ ) :  $\dot{\varepsilon} = \frac{6.78 \times 10^3}{T} \times \sigma^1 \times \exp\left(-\frac{133000}{RT}\right)$  (VI-1)

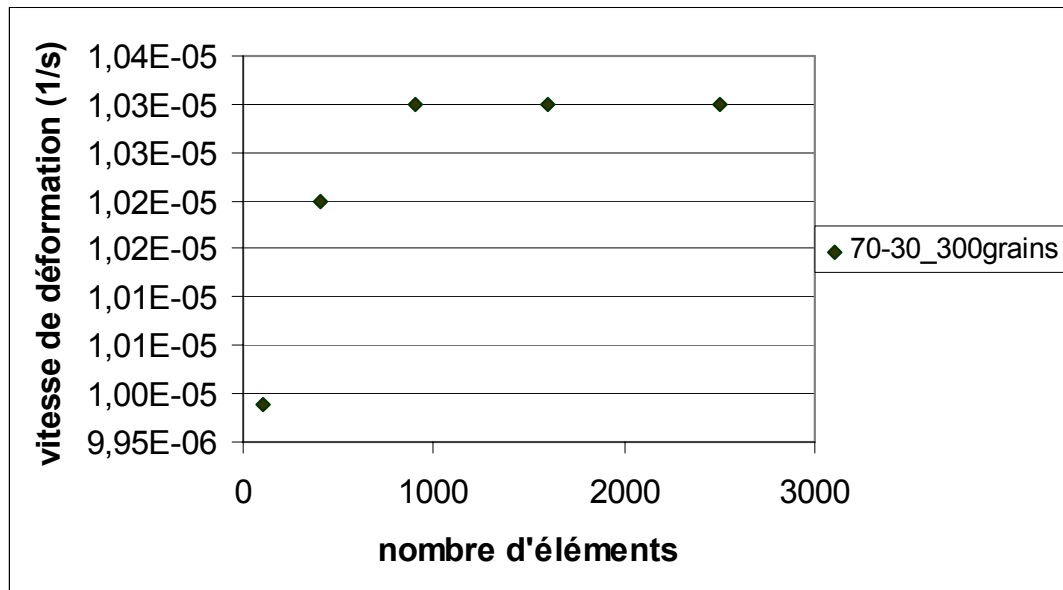
- Fortes contraintes ( $n = 4$ ) :  $\dot{\varepsilon} = \frac{2.28 \times 10^3}{T} \times \sigma^4 \times \exp\left(-\frac{194000}{RT}\right)$  (VI-2)

## 2) En phase $\beta$

$$\dot{\varepsilon} = \frac{1.23 \times 10^3}{T} \times \sigma^{4.3} \times \exp\left(-\frac{142000}{T}\right) \quad (\text{VI-3})$$

### VI.2.3.1.1 Etude de l'influence du nombre d'éléments (densité de maillage)

La courbe de la figure VI-8 montre la variation de la vitesse de déformation en fonction du nombre d'éléments. Ces résultats indiquent qu'à partir de 900 éléments (soit 3 éléments par grain) la vitesse de déformation macroscopique ne varie plus, d'où le choix de ce nombre d'éléments pour l'ensemble des calculs 2D (figure VI-6a).



**Figure VI-8.** Variation de la vitesse de déformation en fonction du nombre d'éléments ( $T = 840\text{ °C}$ ,  $\% \beta = 30$ ,  $\sigma = 3\text{MPa}$ ).

### VI.2.3.1.2 Calcul sur un élément de volume

La figure VI-9 montre la variation de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte appliquée pour les deux phases ( $860\text{ °C}$ ,  $50\% \alpha$  et  $50\% \beta$ ) et pour un élément de volume en utilisant notre modèle de calcul. Le contraste des phases ( $\frac{\dot{\varepsilon}(\text{phase molle})}{\dot{\varepsilon}(\text{phase dure})}$ ) est de 2.5 à 3 MPa et de 265 à 20 MPa. A des contraintes inférieures à 3 MPa, il est à noter que la phase  $\alpha$  est la plus molle.



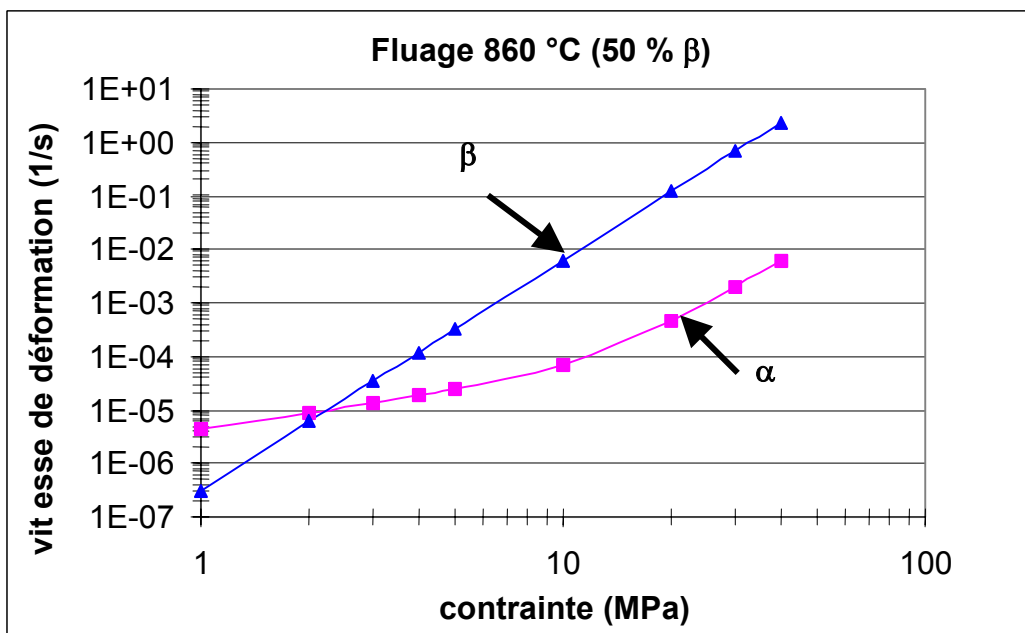


Figure VI-9. Variation de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte appliquée pour les deux phases.

#### VI.2.3.1.3 Effet des réalisations Voronoï : étude de robustesse

Une étude de robustesse a été menée pour quantifier l'effet de dispersion lié aux différentes réalisations Voronoï sur le calcul du comportement en fluage du matériau dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ). La figure IV-10 illustrant la variation de la déformation en fonction du temps pour 13 réalisations Voronoï, et la figure VI-11 présentant la variation de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte appliquée à 860 °C (50 %  $\beta$ ) pour les deux réalisations extrêmes montrent qu'il n'y a pas un grand effet des réalisations Voronoï sur le comportement en fluage du matériau (un facteur 2 environ sur les vitesses de déformation pour un contraste de phases élevé).

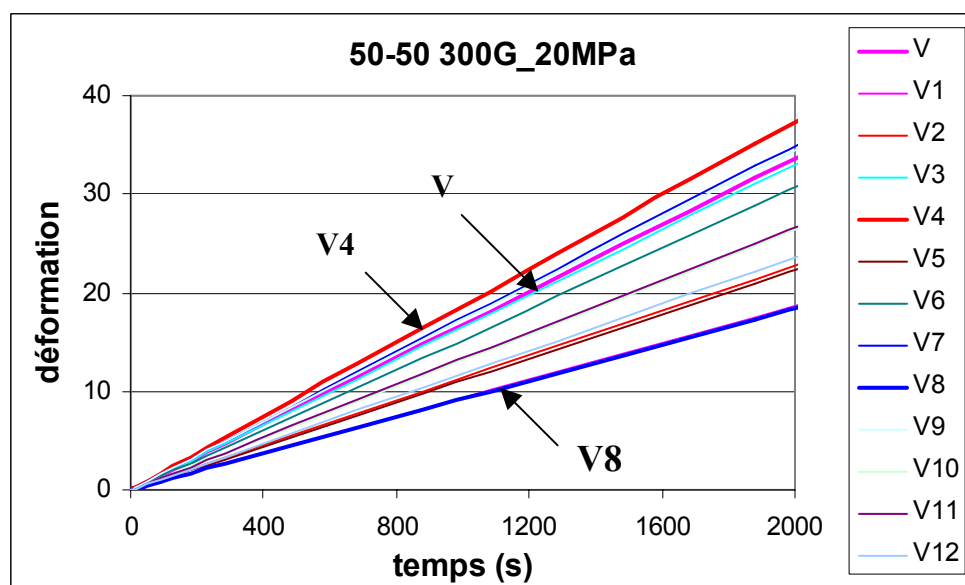
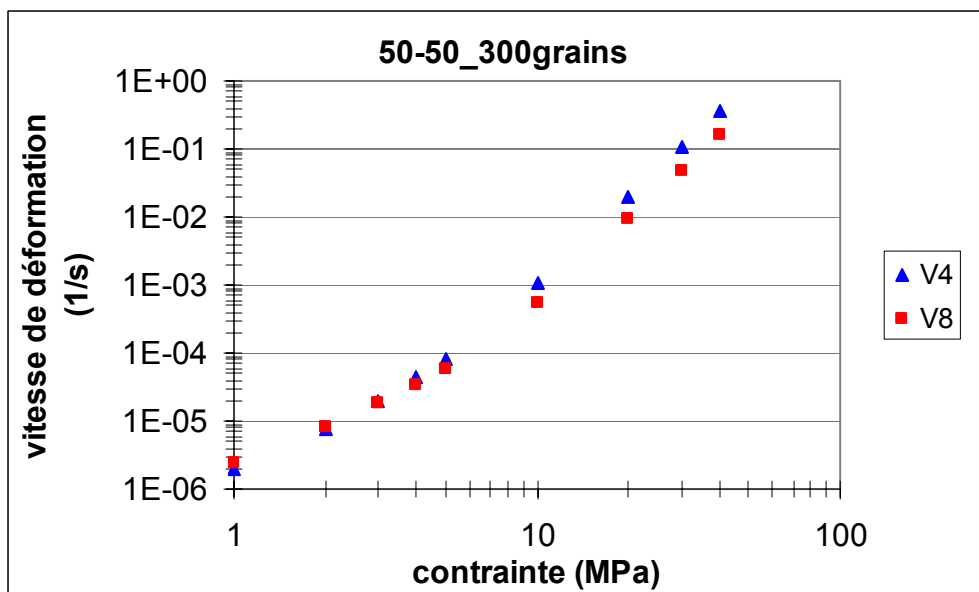


Figure VI-10. Variation de la déformation en fonction du temps pour 13 réalisations Voronoï à 860 °C.



**Figure VI-11.** Variation de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte appliquée pour les deux réalisations extrêmes à 860 °C.

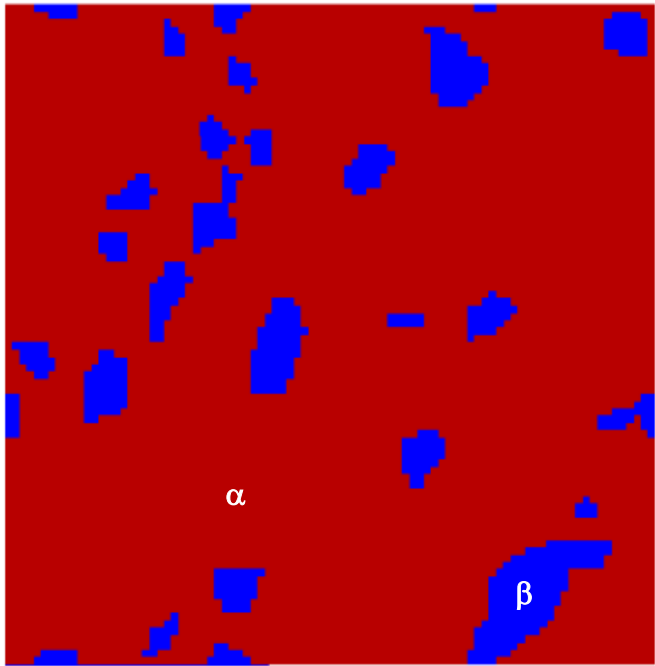
La dispersion est une fonction croissante du contraste de phase. Elle ne dépasse cependant pas un facteur 2 à 3 sur  $\dot{\epsilon}$ .

#### VI.2.3.1.4 Calcul sur l'ensemble de la microstructure

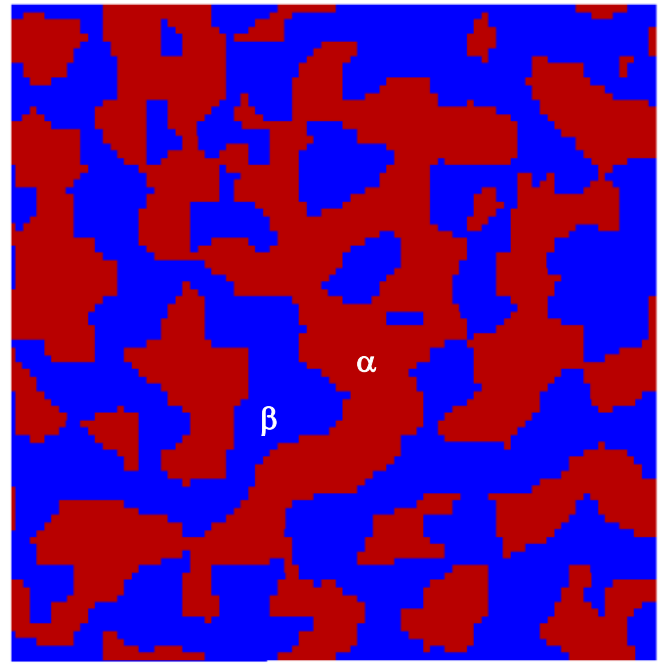
Le calcul a été réalisé pour 6 températures dans le domaine biphasé : 800 °C (5 %  $\beta$ ), 820 °C (13 %  $\beta$ ), 840 °C (30 %  $\beta$ ), 860 °C (50 %  $\beta$ ), 880 °C (76 %  $\beta$ ), 900 °C (95 %  $\beta$ ).

Trois exemples de microstructures sur lesquelles le calcul a été effectué sont donnés sur la figure IV-12.

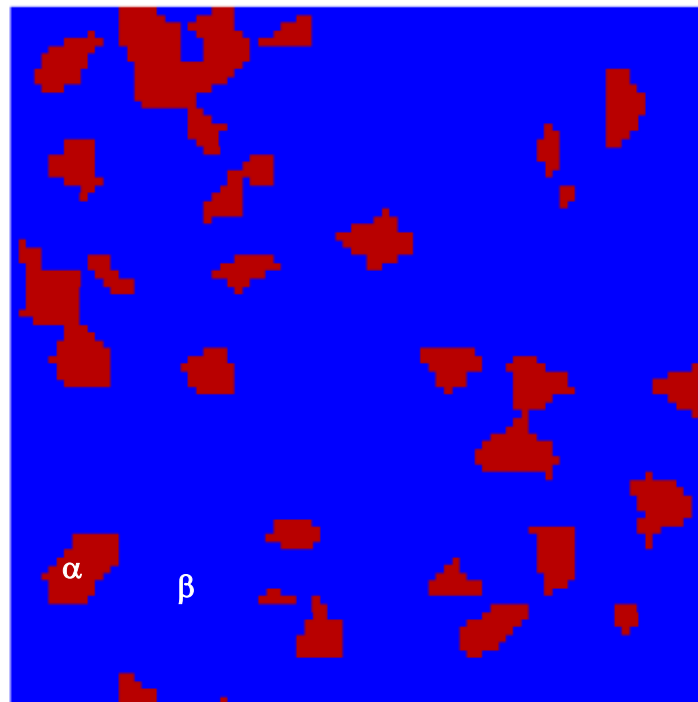
L'analyse des contraintes et déformations équivalentes à faibles et à fortes contraintes macroscopiques appliquées montre bien que les contraintes sont localisées dans la phase  $\alpha$  (la phase dure) et les déformations dans la phase  $\beta$  (la phase molle). Les contraintes et déformations illustrées correspondent à 3 MPa où le contraste des phases n'est pas très important (figures VI-13 et VI-14) et à 20 MPa où le contraste des phases est très important (figure VI-15). Un comportement similaire est observé à faibles et à fortes contraintes, c'est-à-dire que les contraintes sont localisées dans la phase  $\alpha$  et les déformations dans la phase  $\beta$  et près des joints interphase  $\alpha / \beta$ .



(a)



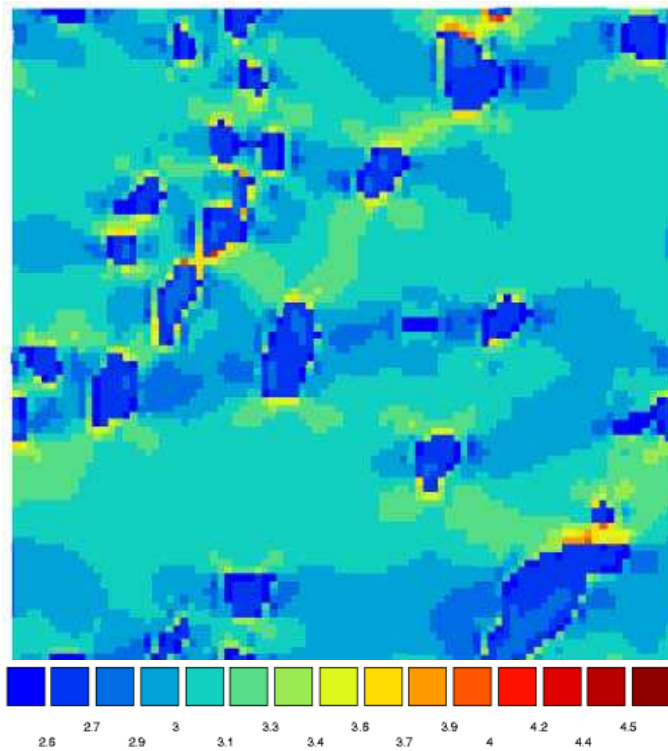
(b)



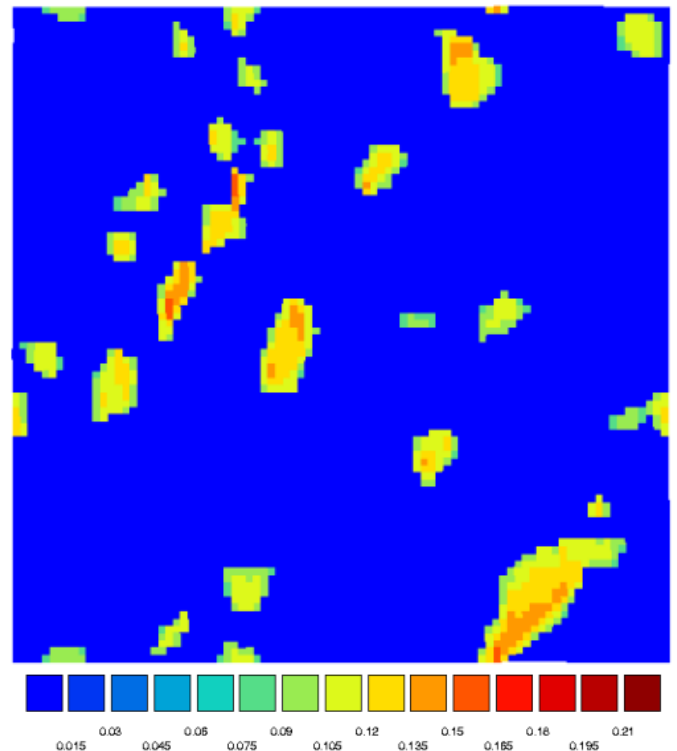
c)

**Figure VI-12.** Exemple de microstructures étudiées.

(a) Microstructure à 820 °C (13 %  $\beta$ ), (b) Microstructure à 860 °C (50 %  $\beta$ ),  
(c) Microstructure à 900 °C (90 %  $\beta$ ).

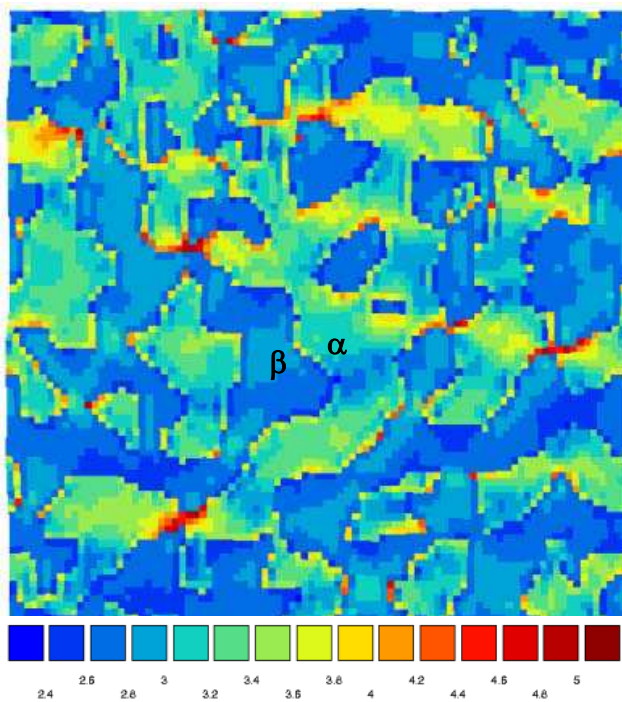


(a) : contrainte équivalente (MPa)

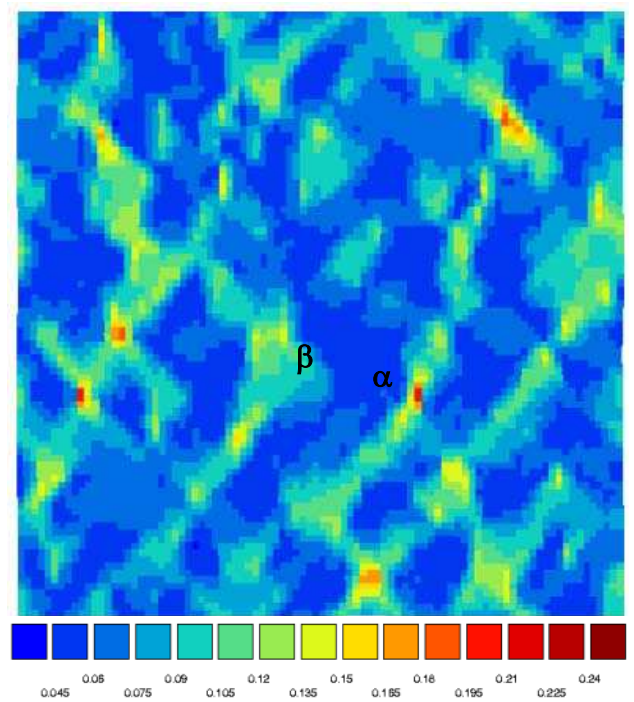


(b) : déformation équivalente

**Figure VI-13.** Contraintes et déformations équivalentes à 820 °C (13 %  $\beta$ ) et sous une contrainte macroscopique de 3 MPa.

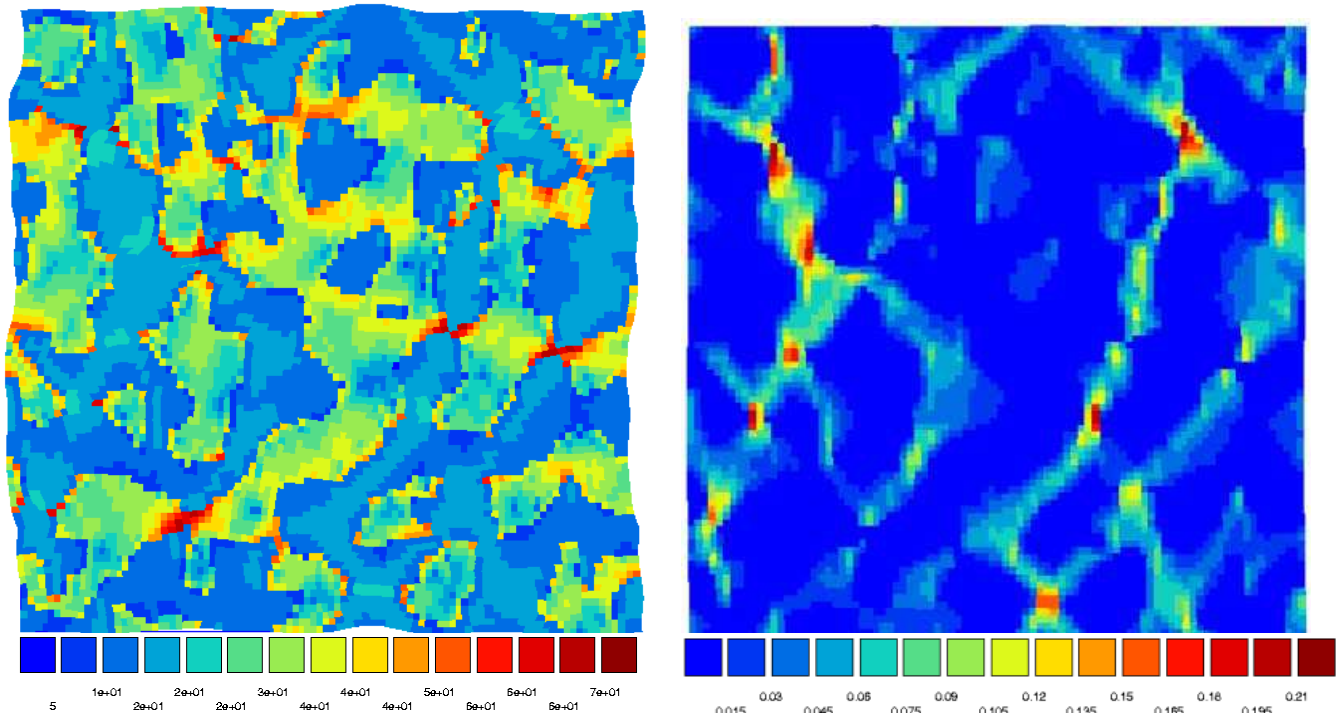


(a) : contrainte équivalente (MPa)



(b) : déformation équivalente

**Figure VI-14.** Contraintes et déformations équivalentes à 860 °C (50 %  $\beta$ ) et sous une contrainte macroscopique de 3 MPa.



(a) : contrainte équivalente (MPa)

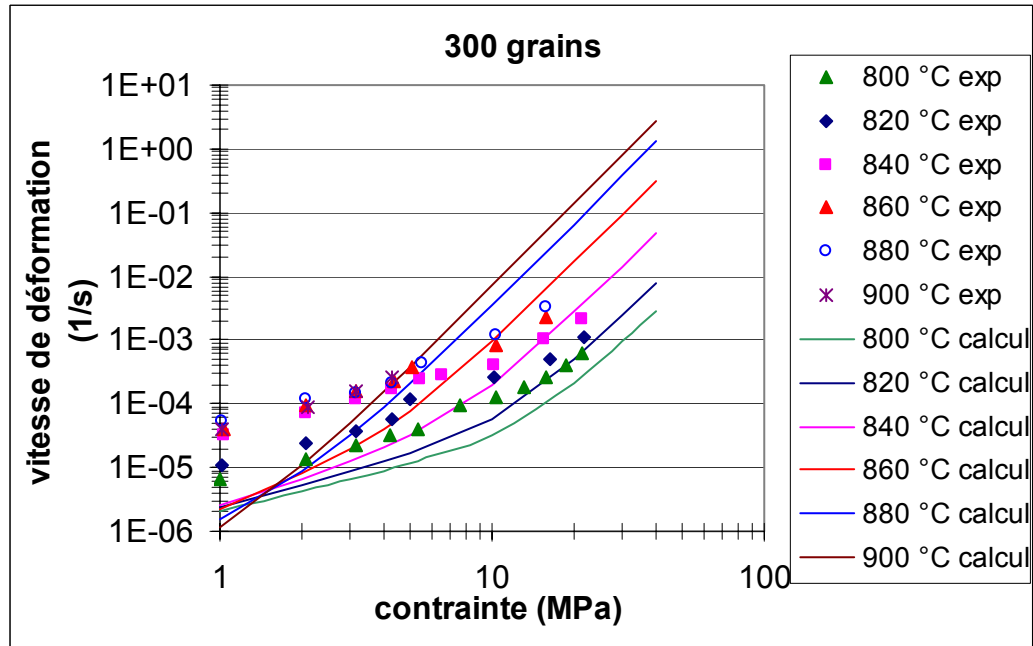
(b) : déformation équivalente

**Figure VI-15.** Contraintes et déformations équivalentes à 860 °C (50 %  $\beta$ ) et sous une contrainte macroscopique de 20 MPa.

La figure VI-16 regroupe les résultats expérimentaux et les résultats obtenus par calcul 2D Voronoï au chauffage. Ces résultats montrent que le modèle est mauvais en « n » et en valeur absolue surtout à faibles contraintes. Ceci nous conduit à conclure qu'il existe d'autres phénomènes dont le modèle ne rend pas compte. Les sources possibles de désaccord peuvent être les suivantes :

- 1) On est hors bornes (problème de calcul)
- 2) On est en 2D en contraintes planes donc pas de confinement 3D d'une phase par l'autre
- 3) On n'a pas la bonne morphologie des grains
- 4) Les interfaces sont parfaites (pas de glissement)

D'où la stratégie de traiter ces différents points l'un après l'autre.



**Figure VI-16.** Comparaison entre l'expérience et le calcul 2D Voronoï dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ) au chauffage.

#### VI.2.3.1.5 Calcul des bornes de Reuss et Voigt

Comme indiqué précédemment la première source possible de désaccord consiste à vérifier si les résultats obtenus ne sont pas en dehors des bornes théoriques de Reuss et de Voigt.

- **Borne de Reuss (contraintes uniformes)**

Le modèle de Reuss qui suppose les contraintes réparties uniformément par phase permet d'écrire les relations successives suivantes :

$$\sigma_\alpha = \sigma_\beta = \sigma \quad (\text{VI-4})$$

$$\dot{\epsilon}_\alpha = \left(\frac{\sigma}{k_\alpha}\right)^{n_\alpha} \quad (\text{VI-5})$$

$$\dot{\epsilon}_\beta = \left(\frac{\sigma}{k_\beta}\right)^{n_\beta} \quad (\text{VI-6})$$

$$\dot{\epsilon} = f_\alpha \dot{\epsilon}_\alpha + f_\beta \dot{\epsilon}_\beta \quad (\text{VI-7})$$

$$\dot{\epsilon}_\alpha = \dot{\epsilon}_{1\alpha} + \dot{\epsilon}_{2\alpha} \text{ (double potentiel)} \quad (\text{VI-8})$$

On en déduit que :

$$\dot{\epsilon} = f_\alpha \left[ \left(\frac{\sigma}{k_{1\alpha}}\right)^{n_{1\alpha}} + \left(\frac{\sigma}{k_{2\alpha}}\right)^{n_{2\alpha}} \right] + f_\beta \left(\frac{\sigma}{k_\beta}\right)^{n_\beta} \quad (\text{VI-9})$$

Avec les valeurs de  $k_i$  et  $n_i$  prises comme dans le calcul éléments finis.

- **Borne de Voigt (déformations uniformes)**

De même le modèle de Voigt qui suppose une répartition uniforme des déformations par phase permet d'écrire :

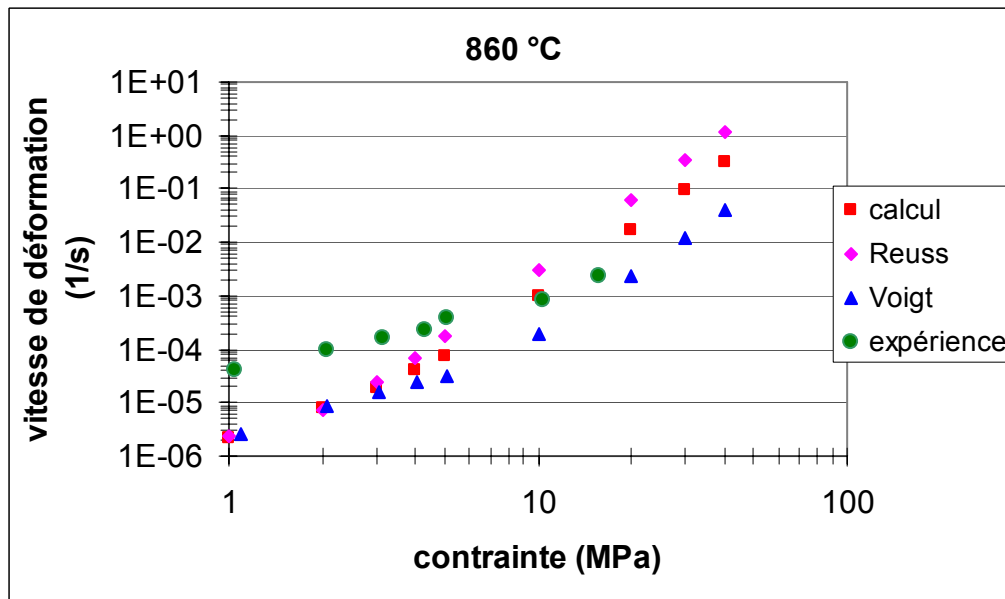
$$\dot{\epsilon}_\alpha = \dot{\epsilon}_\beta = \dot{\epsilon} \quad (\text{VI-10})$$

$$\sigma = f_{\alpha} \sigma_{\alpha} + f_{\beta} \sigma_{\beta} \quad (\text{VI-11})$$

On en déduit que :

$$\sigma = f_{\alpha} (k_{1\alpha} \dot{\varepsilon}^{\frac{1}{n_{1\alpha}}} + k_{2\alpha} \dot{\varepsilon}^{\frac{1}{n_{2\alpha}}}) + f_{\beta} k_{\beta} \dot{\varepsilon}^{\frac{1}{n_{\beta}}} \quad (\text{VI-12})$$

D'après la courbe regroupant les résultats à 860 °C ( 50 %  $\beta$ ) (figure VI-17), on voit que le calcul est bien entre les bornes ce qui nous amène à évacuer le fait qu'il y a un problème dans le calcul. Par contre l'expérience est en dehors des bornes à faibles contraintes. En effet, le matériau flue plus vite à faibles contraintes dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ) que dans les deux domaines monophasés  $\alpha$  et  $\beta$  (figure IV-42 : carte de déformation du matériau). Donc on semble être voué à l'échec en adoptant une modélisation 2D. Ceci dit le calcul n'est pas particulièrement proche de la borne supérieure. Peut être le calcul 3D permettrait-il déjà de s'en approcher ?



**Figure VI-17.** Comparaison entre le calcul 2D Voronoï au chauffage, l'expérience, et les bornes de Reuss et Voigt.

### VI.2.3.2 Calcul Voronoï 3D au chauffage

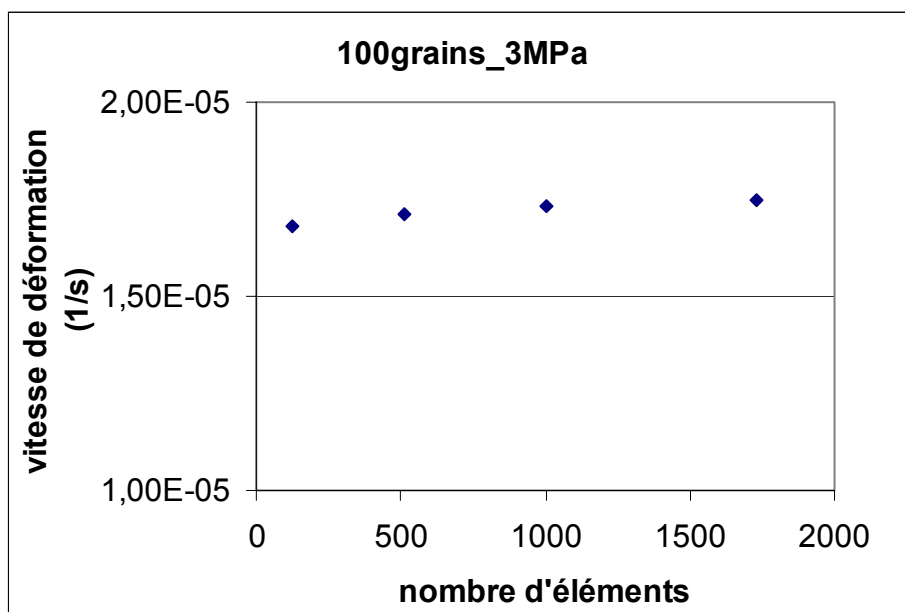
Pour étudier l'effet d'une microstructure 3D, nous avons décidé de faire des calculs éléments finis 3D en utilisant toujours la méthode des polyèdres de Voronoï. Ces calculs nous ont permis de mettre en évidence l'effet 3D sur le comportement mécanique en fluage du matériau dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ) et de vérifier la deuxième source possible de désaccord. Une modélisation 3D permet de mieux simuler le confinement d'une phase par l'autre.

#### VI.2.3.2.1 Influence du nombre d'éléments

Comme dans le cas 2D, nous avons d'abord étudié l'influence du nombre d'éléments par grain sur les résultats du calcul 3D. La figure VI-18 montre qu'il n'y a pas un grand effet du nombre d'éléments (entre 512 et 1728 éléments) sur la vitesse de déformation en fluage



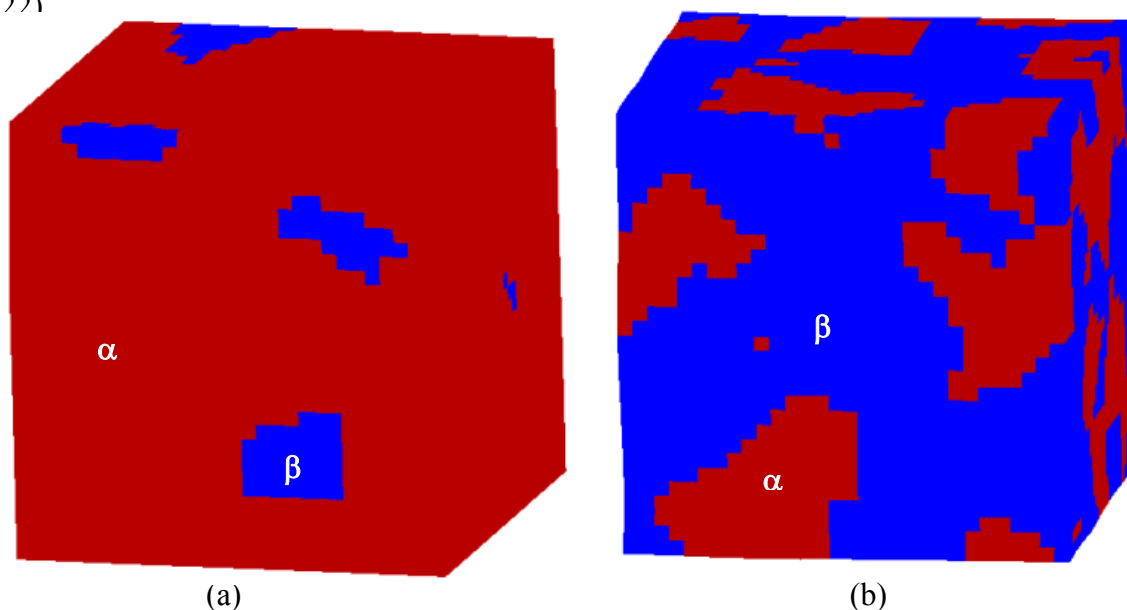
du matériau. Pour la suite, nous avons choisi un maillage contenant 1000 éléments pour 100 grains pour tous les calculs Voronoï 3D (figure VI-6b).



**Figure VI-18.** Variation de la vitesse de déformation en fonction du nombre d'éléments pour un calcul Voronoï 3D.

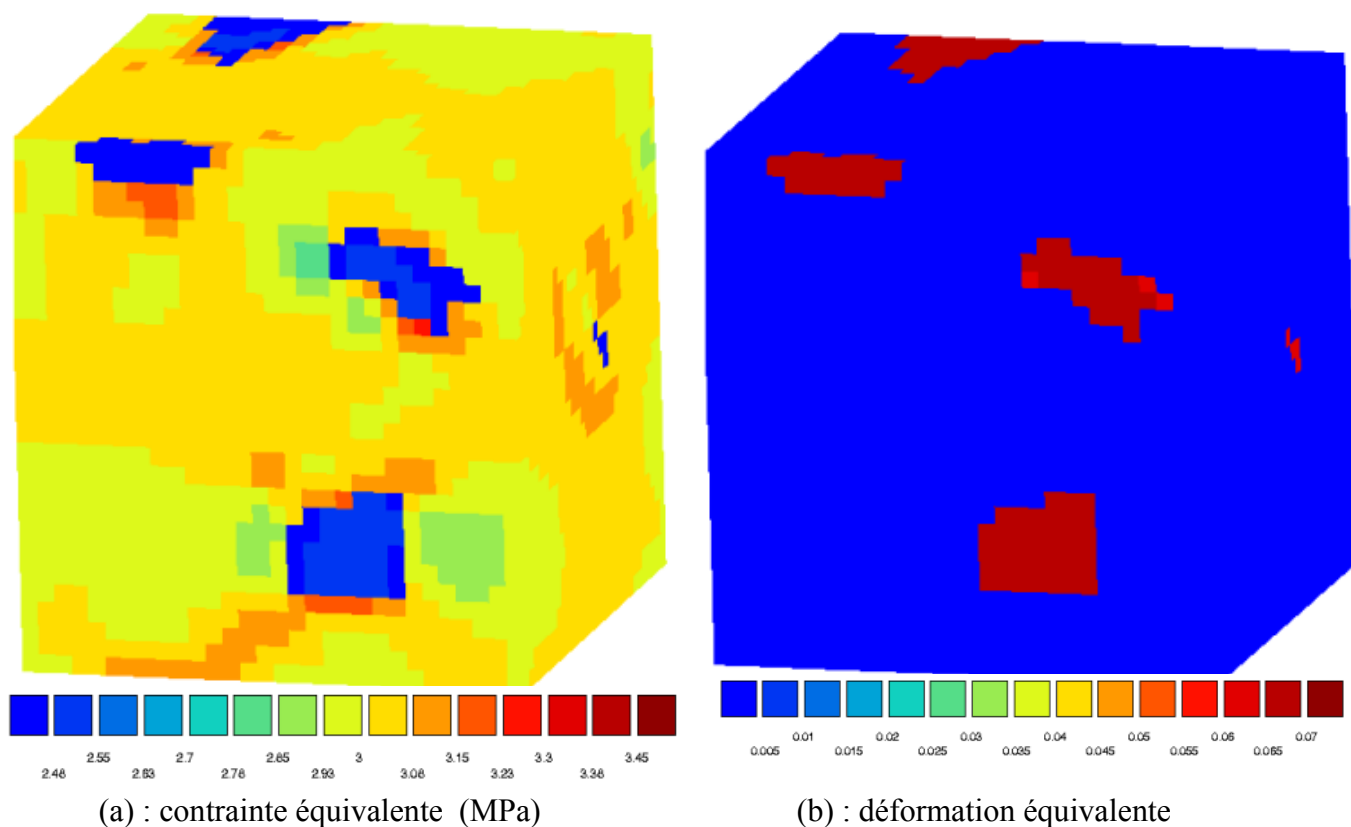
#### VI.2.3.2.2 Résultats du calcul 3D Voronoï

Le calcul a été réalisé pour cinq températures dans le domaine biphasé au chauffage : 800 °C (5 %  $\beta$ ), 820 °C (13 %  $\beta$ ), 840 °C (30 %  $\beta$ ), 860 °C (50 %  $\beta$ ), et 900 °C (90 %  $\beta$ ). Cette fois ci au lieu de générer des microstructures 2D, on va générer des microstructures 3D en fonction du taux de phase  $\beta$  (figure VI-19). On constate que, comme dans le cas 2D, les contraintes sont localisées dans la phase  $\alpha$  et les déformations dans la phase  $\beta$  (figures VI-20 à VI-22).

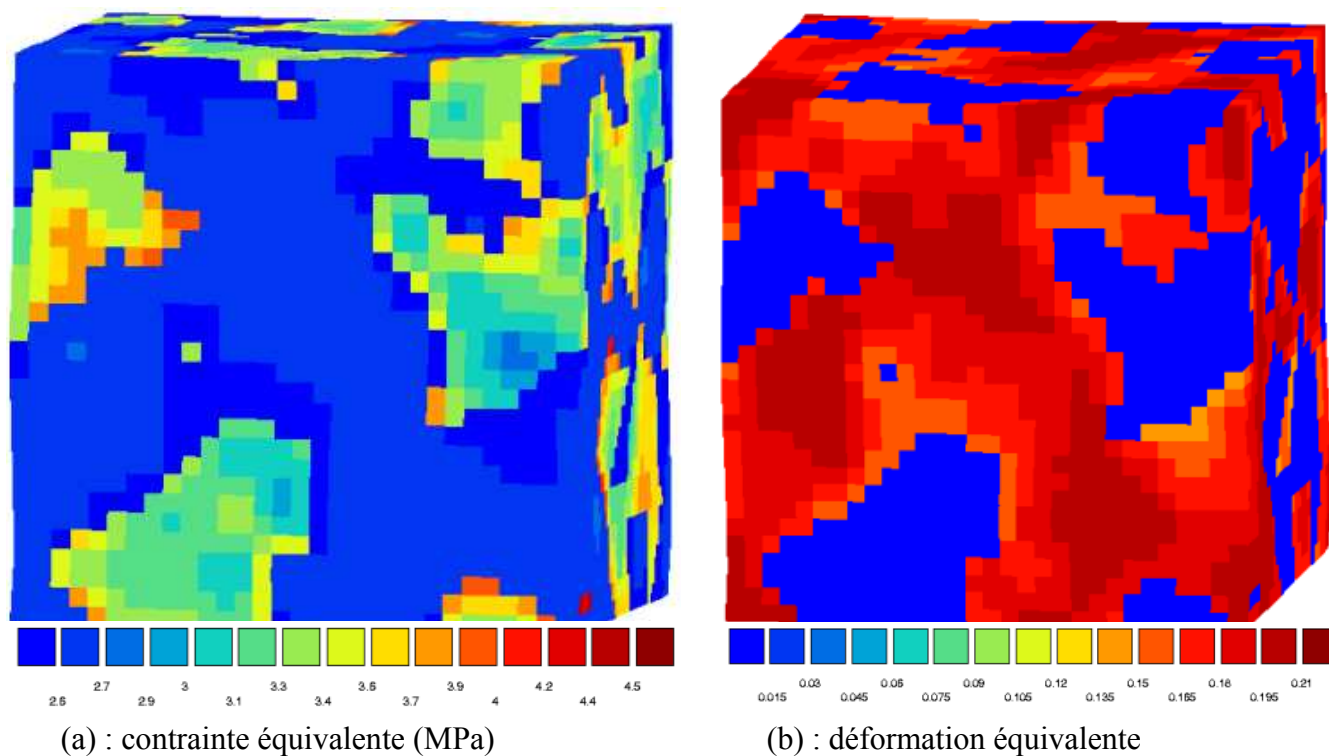


**Figure VI-19.** Exemple de microstructures 3D générées par la méthode des polyèdres de Voronoï.  
(a) à 5 %  $\beta$ , (b) à 50 %  $\beta$

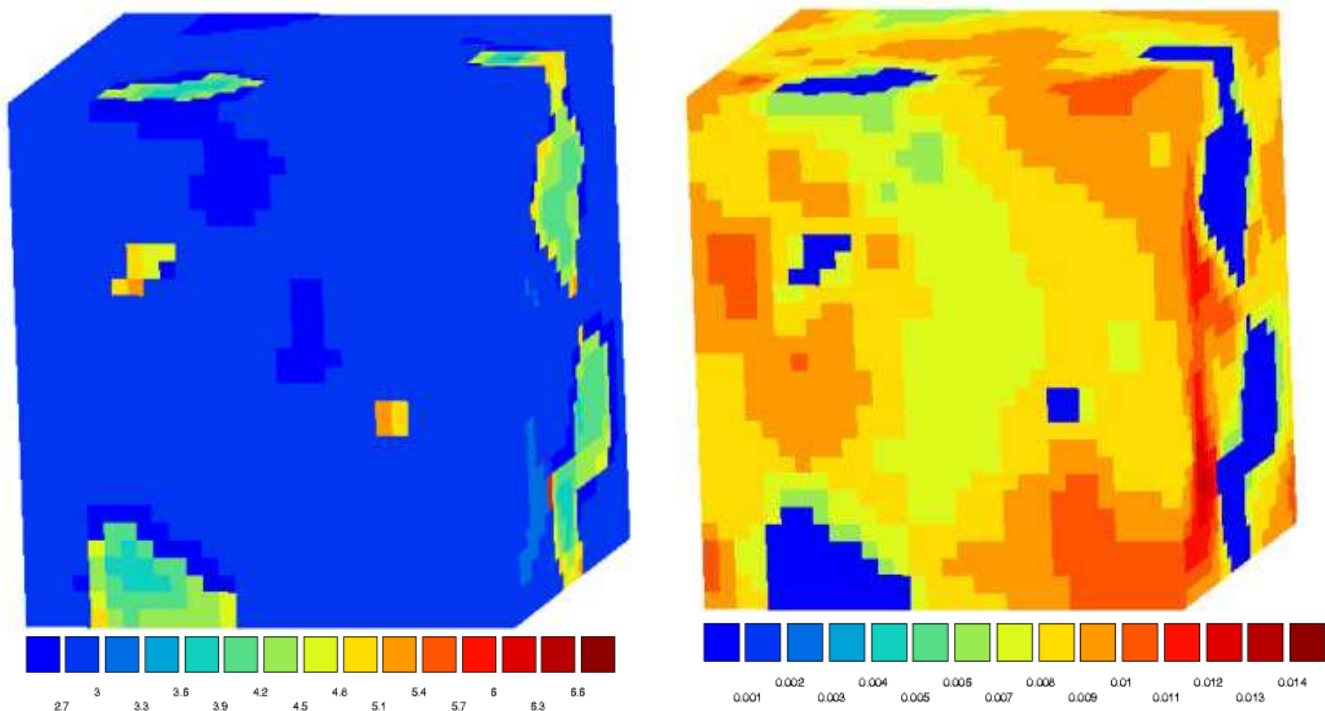




**Figure VI-20.** Contraintes et déformations équivalentes à 800 °C (5 %  $\beta$ ) et sous une contrainte macroscopique de 3 MPa.



**Figure VI-21.** Contraintes et déformations équivalentes à 860 °C (50 %  $\beta$ ) et sous une contrainte macroscopique de 3 MPa.

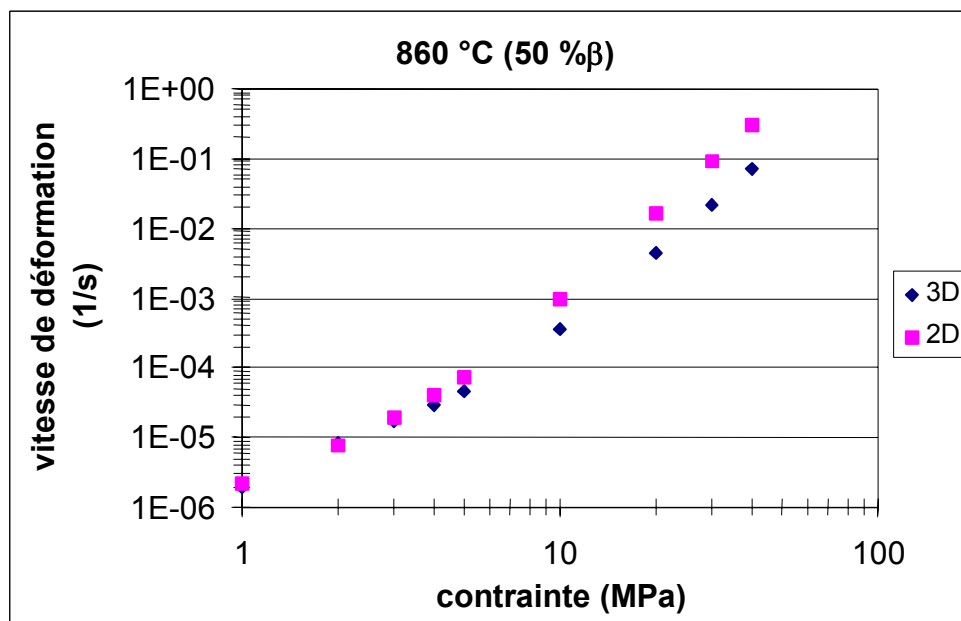


(a) : contrainte équivalente (MPa)

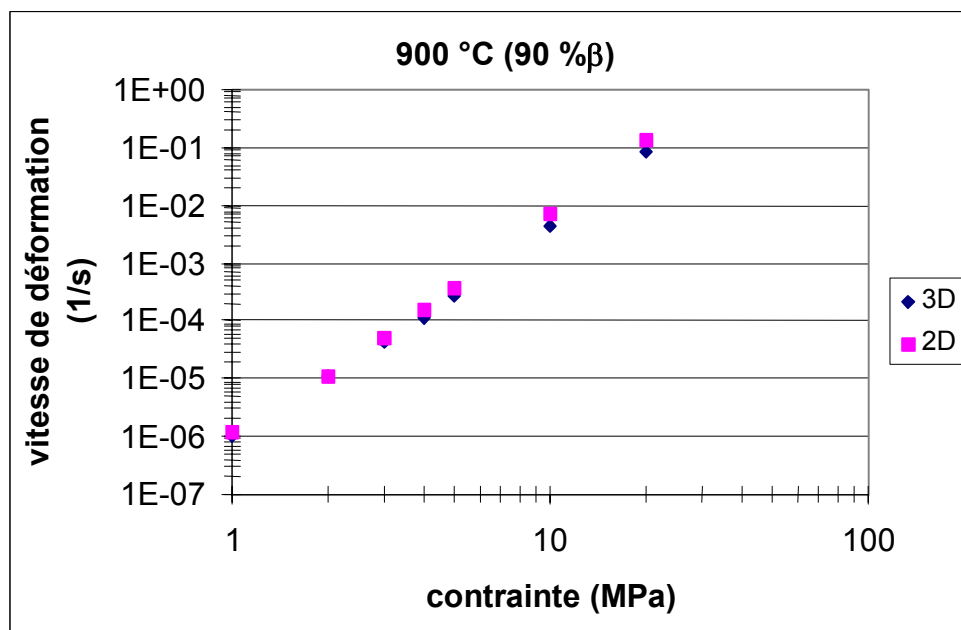
(b) : déformation équivalente

**Figure VI-22.** Contraintes et déformations équivalentes à 900 °C (90 %  $\beta$ ) et sous une contrainte macroscopique de 3 MPa.

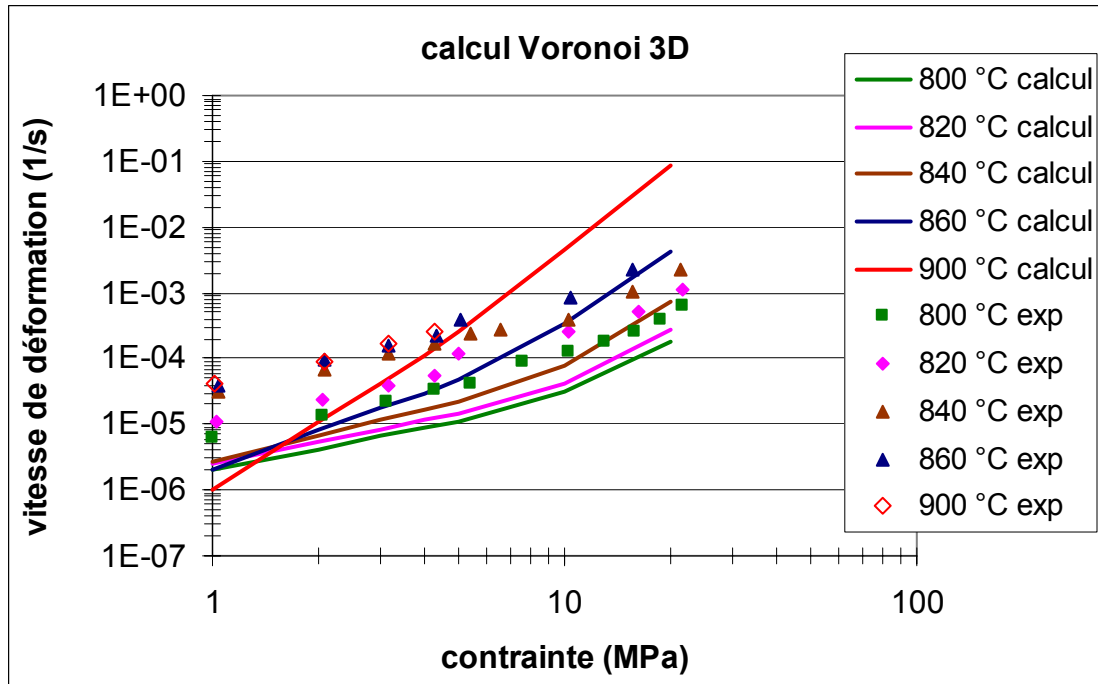
Les calculs Voronoï 3D nous ont permis de déduire qu'il y a peu d'effet de la géométrie 3D de la microstructure générée par la méthode des polyèdres de Voronoï sur le comportement en fluage du matériau dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ) au chauffage. En effet les figures VI-23 et VI-24 montrent respectivement ce petit effet qui croît avec le contraste de phases: un facteur 4 à fortes contraintes pour 50 %  $\beta$ , et un facteur 1.6 à fortes contraintes pour 90 %  $\beta$ . Comme dans le cas 2D, la figure VI-25 montre que le modèle 3D Voronoï sous-estime lui aussi la déformation en fluage du matériau surtout à faibles contraintes. Cela nous amène à exclure l'effet 3D de la microstructure. Grâce à ce calcul, on élimine la deuxième source de désaccord (confinement 3D d'une phase par l'autre). A noter que, par ailleurs, le calcul 3D reste entre les bornes.



**Figure VI-23.** Comparaison entre les calculs 2D et 3D Voronoï pour 50 %  $\beta$ .



**Figure VI-24.** Comparaison entre les calculs 2D et 3D Voronoï pour 90 %  $\beta$ .



**Figure VI-25.** Comparaison entre l'expérience et le calcul 3D Voronoï dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ) au chauffage.

### VI.2.3.3 Calcul Voronoï 2D au refroidissement

On s'est rendu compte que la morphologie des grains de la microstructure de refroidissement ressemble plus à celle générée par les polyèdres de Voronoï que la microstructure biphasée obtenue au chauffage. On va éliminer alors l'effet de la morphologie des grains en faisant ce calcul sur une microstructure plus représentative (3<sup>ème</sup> source de désaccord).

La même procédure que celle au chauffage a été adoptée pour les calculs Voronoï 2D au refroidissement avec le même nombre de grains (300).

- **Lois de comportement**

1) **En phase  $\alpha$**  : ces lois de comportement ont été identifiées sur la base des essais de fluage en phase  $\alpha$  après traitement à 100 % $\beta$ .

- Faibles contraintes ( $n = 1$ ) :  $\dot{\epsilon} = \frac{3.8 \times 10^3}{T} \times \sigma^1 \times \exp\left(-\frac{152000}{RT}\right)$  (VI-13)

- Fortes contraintes ( $n = 5.75$ ) :  $\dot{\epsilon} = \frac{6.66 \times 10^3}{T} \times \sigma^{5.75} \times \exp\left(-\frac{276000}{RT}\right)$  (VI-14)

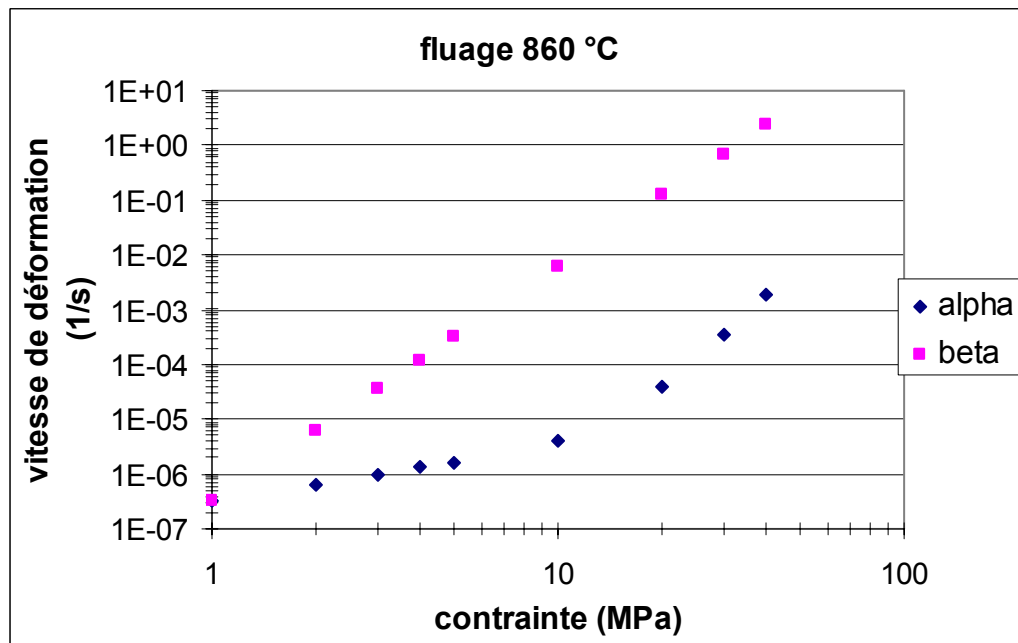
2) **En phase  $\beta$  ( $n = 4.3$ )**

Nous avons adopté la même loi de fluage pour cette phase que celle identifiée au chauffage. Il ne s'agit que d'une approximation dans la mesure où les tailles des grains ne sont pas les mêmes dans les deux cas. La loi retenue s'écrit donc sous la forme :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{1.23 \times 10^3}{T} \times \sigma^{4.3} \times \exp\left(-\frac{142000}{RT}\right) \quad (\text{VI-15})$$

### VI.2.3.3.1 Calcul sur un élément de volume

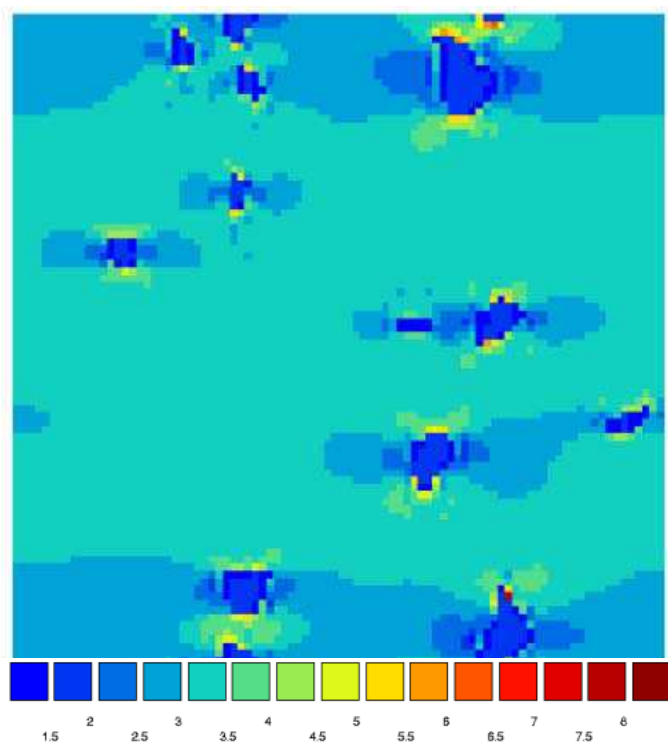
La figure VI-26 montre la variation de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte appliquée pour les deux phases à 860 °C et pour un élément de volume en utilisant notre modèle de calcul. Le contraste des phases est de 35 à 3 MPa et de 3000 à 20 MPa, ce contraste est beaucoup plus important que dans le cas du chauffage. En effet le matériau flue beaucoup moins vite au refroidissement qu'au chauffage et la phase  $\alpha$  est toujours plus dure que la phase  $\beta$  pour des contraintes supérieures à 1 MPa.



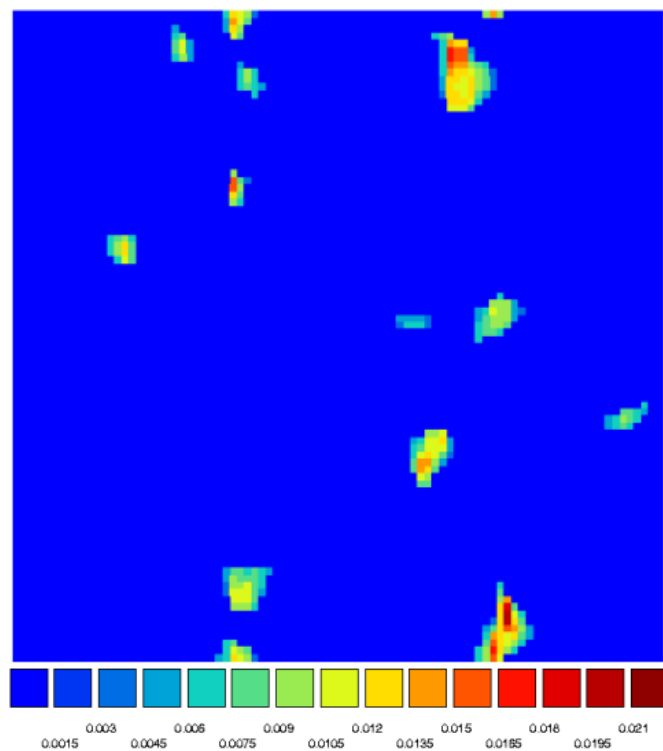
**Figure VI-26.** Variation de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte appliquée pour chacune des phases au refroidissement.

### VI.2.3.3.2 Calcul sur l'ensemble de la microstructure biphasée ( $\alpha + \beta$ )

Un exemple de cartes de déformations et de contraintes est illustré sur les figures VI-27 à VI-30 pour deux contraintes macroscopiques 3 et 20 MPa et pour 3 taux de phases 5 %, 90 % et 50 %  $\beta$ . Si on compare les cartes de contraintes obtenues au chauffage et au refroidissement, par exemple à 50 %  $\beta$  et à une contrainte macroscopique de 3 MPa et une déformation maximale de 20 %, on voit que localement au chauffage la contrainte varie de 2.36 MPa à 5.35 MPa, alors qu'au refroidissement elle varie de 0.49 MPa à 15.58 MPa. En plus, et à la différence du chauffage, la concentration des contraintes est localement beaucoup plus marquée aux joints de grains  $\alpha / \beta$  (figures VI-29a et VI-30a). Ces cartes de contraintes nous renseignent sur le fait que localement la contrainte est beaucoup plus importante que celle au chauffage. Cela est probablement dû au fait que la microstructure biphasée au refroidissement est plus dure et peut ainsi supporter des contraintes locales plus importantes.

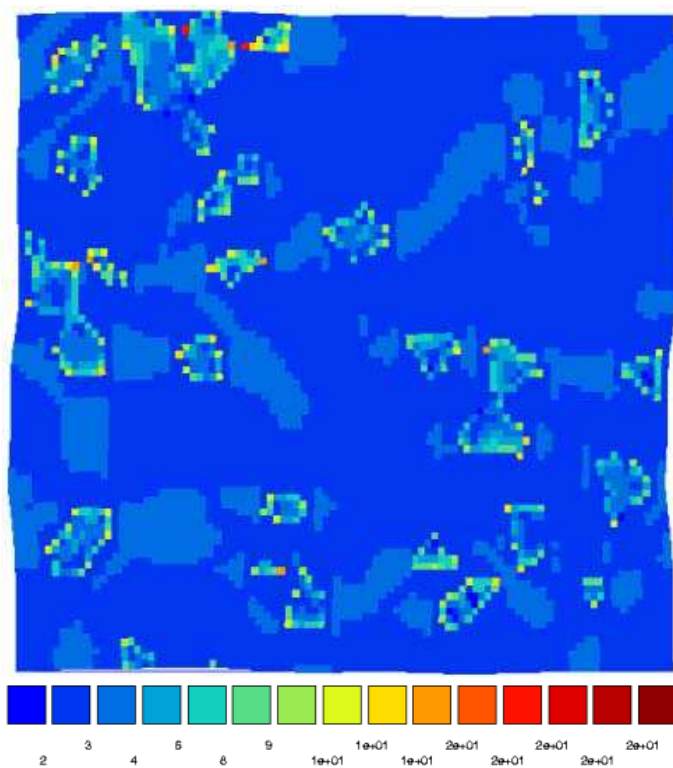


(a) : contrainte équivalente (MPa)

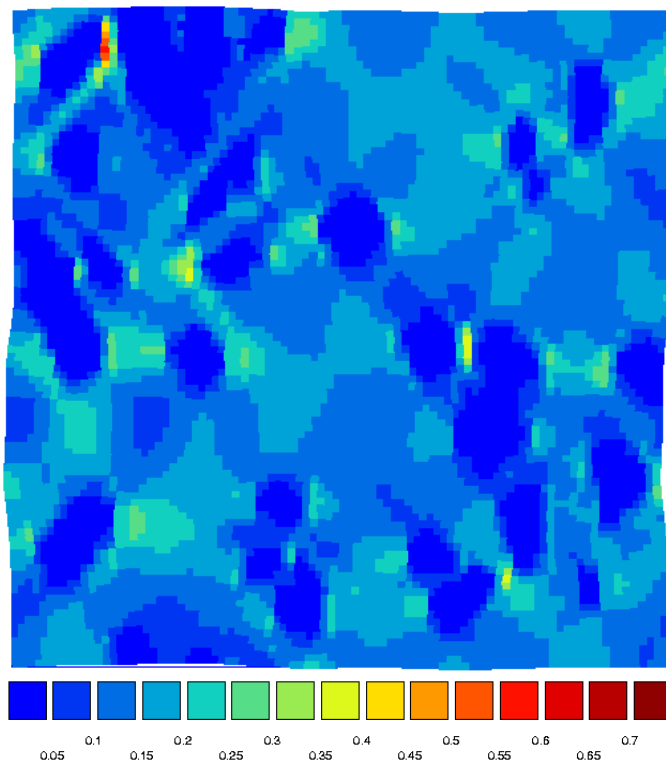


(b) : déformation équivalente

**Figure VI-27.** Contraintes et déformations équivalentes à 5 %  $\beta$  et sous une contrainte macroscopique de 3 MPa.



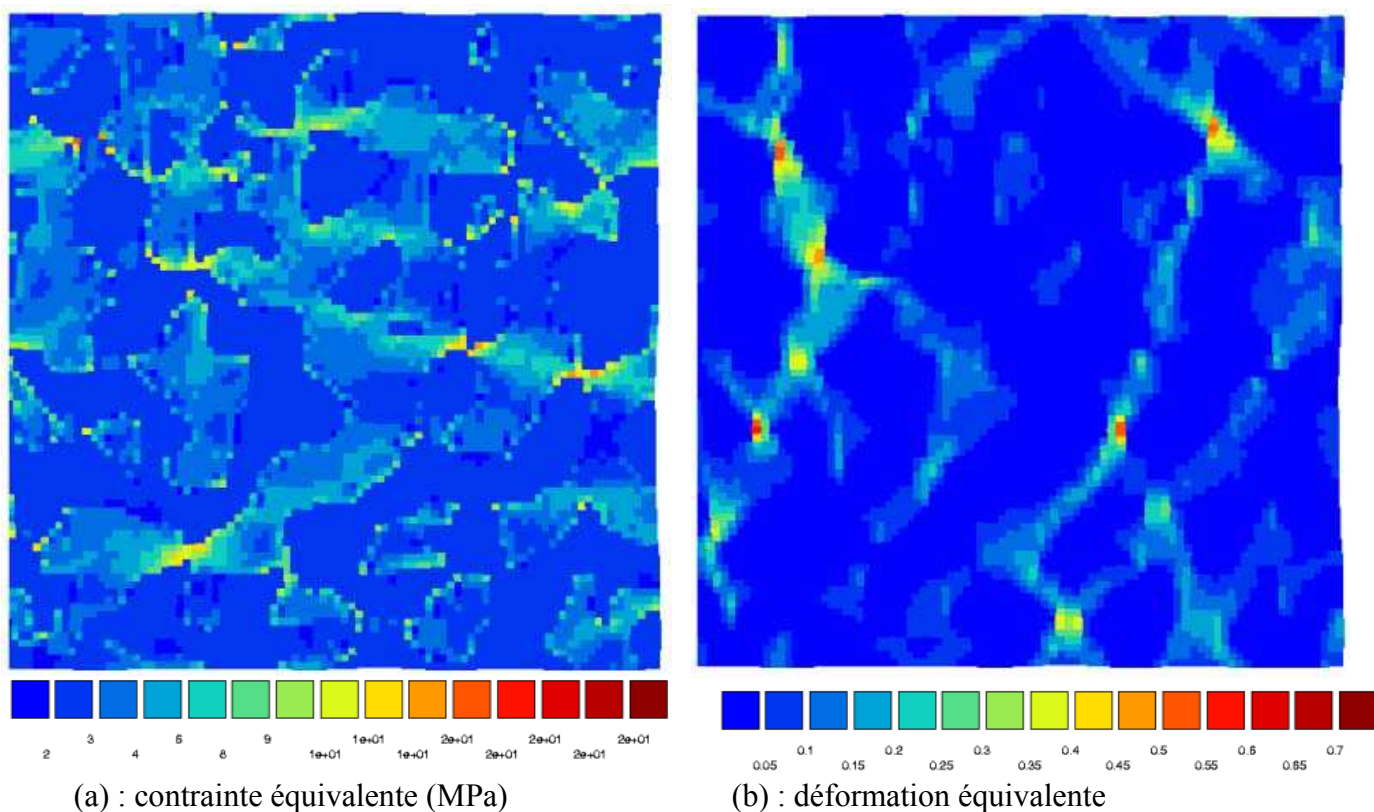
(a) : contrainte équivalente (MPa)



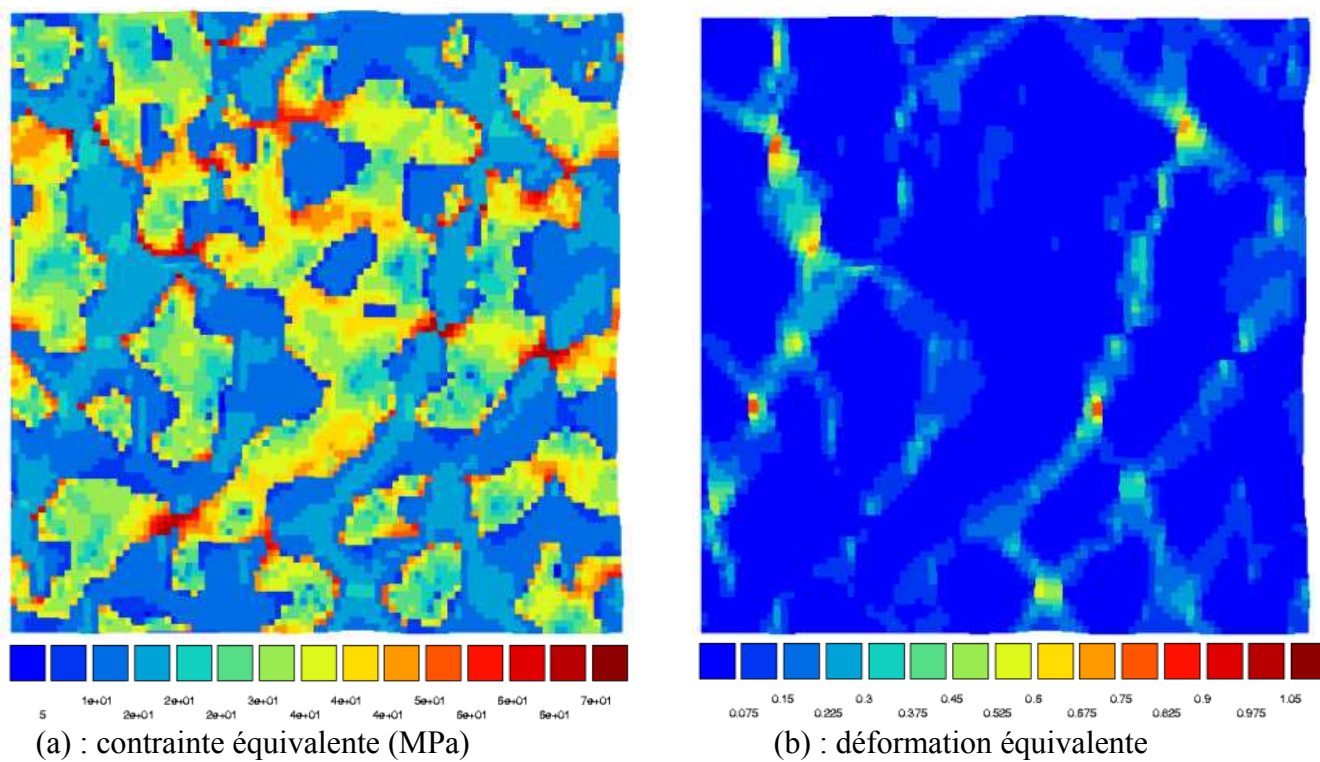
(b) : déformation équivalente

**Figure VI-28.** Contraintes et déformations équivalentes à 90 %  $\beta$  et sous une contrainte macroscopique de 3 MPa.



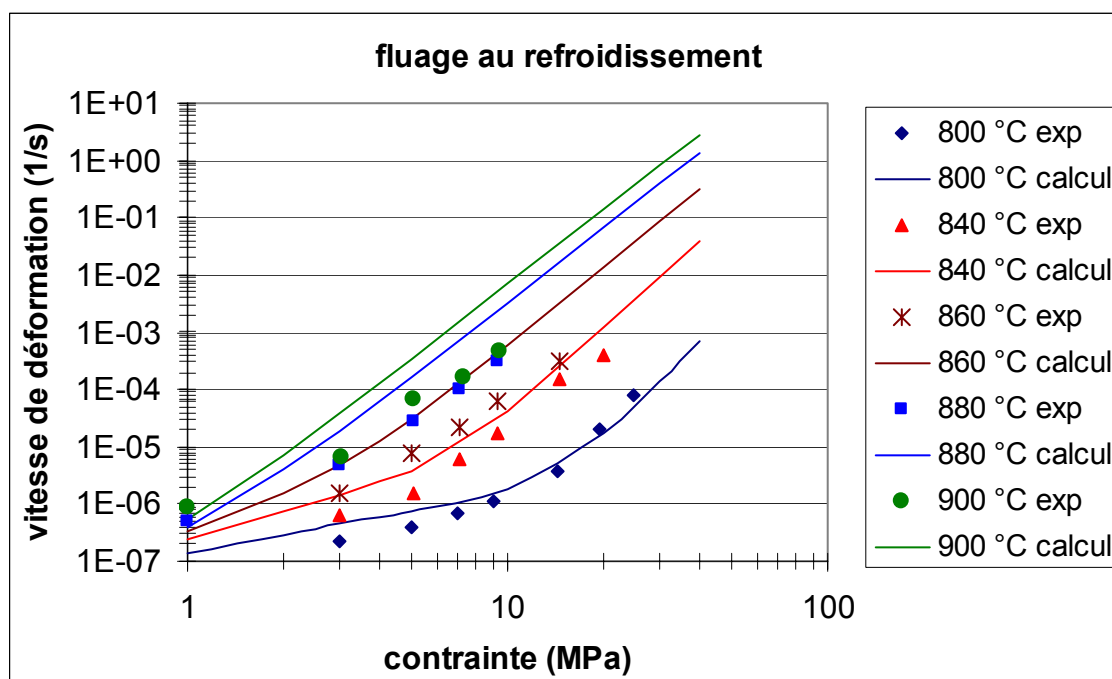


**Figure VI-29.** Contraintes et déformations équivalentes à 50 %  $\beta$  et sous une contrainte macroscopique de 3 MPa.

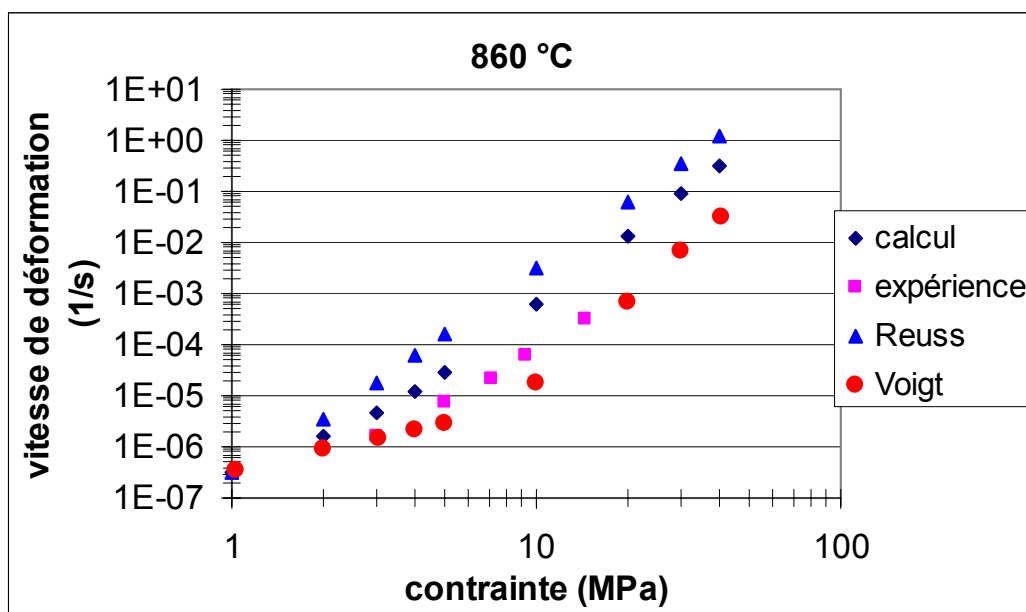


**Figure VI-30.** Contraintes et déformations équivalentes à 50 %  $\beta$  et sous une contrainte macroscopique de 20 MPa.

La figure VI-31 regroupe les résultats expérimentaux et les calculs 2D Voronoï. Ces résultats montrent un meilleur accord entre le calcul et l'expérience que dans le cas du chauffage surtout pour 5 et 30 %  $\beta$ . En effet, il semblerait que la microstructure générée par les polyèdres de Voronoï soit plus proche d'une microstructure au refroidissement (phases allongées et plus au moins bipercolées, figure VI-2) . Le modèle et l'expérience se situent bien entre les bornes de Reuss et Voigt (figure VI-32).



**Figure VI-31.** Comparaison entre l'expérience et le calcul 2D Voronoï dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ) au refroidissement.



**Figure VI-32.** Comparaison entre le calcul 2D Voronoï au refroidissement, l'expérience, et les bornes de Reuss et Voigt.



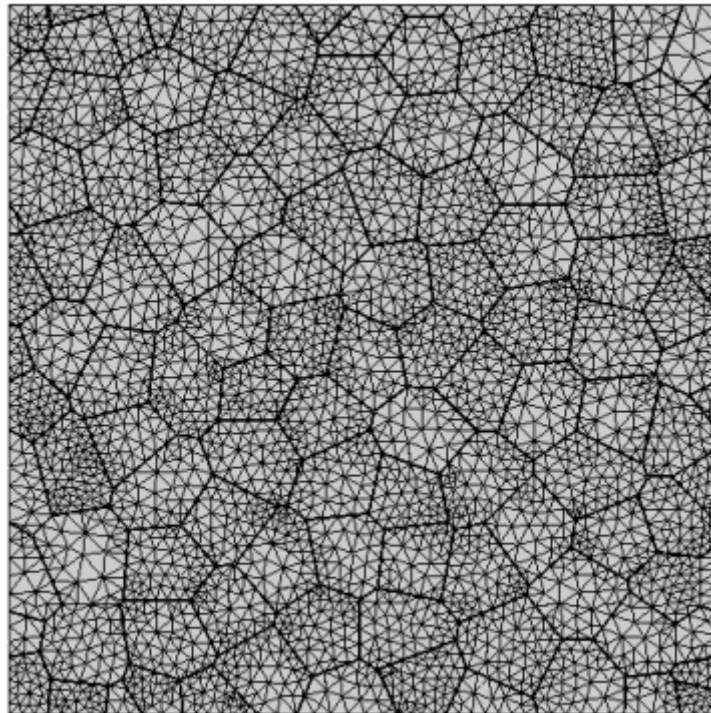
## **Conclusions**

- La comparaison entre les calculs 2D et 3D nous a permis de conclure qu'il n'y a pas d'effet 3D très marqué sur le comportement mécanique en fluage du matériau dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ). On est donc en droit d'éliminer l'effet du confinement d'une phase par une autre pour expliquer que le calcul sous-estime l'expérience.
- La microstructure générée par les polyèdres de Voronoï se rapproche mieux de la morphologie de la microstructure issue des essais de fluage au refroidissement que celle obtenue au chauffage. Ceci peut expliquer le meilleur accord entre le modèle et l'expérience.

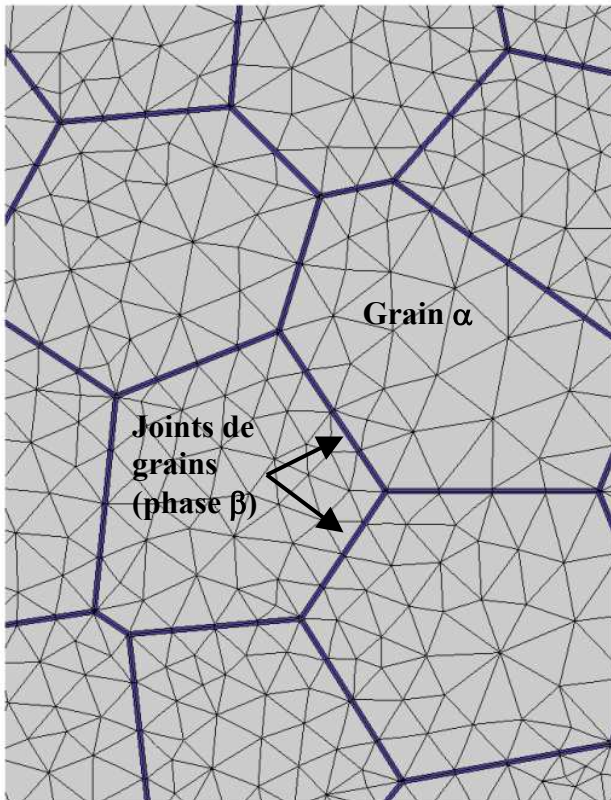
### **VI.3 Modélisation du comportement en fluage biphasé en introduisant un maillage aux joints de grains**

Contrairement au cas des calculs Voronoï où l'interface entre les phases est parfaite, c'est-à-dire l'épaisseur des joints de grains entre les deux phases est négligée, dans ce nouveau maillage de la microstructure biphasée on attribue aux joints de grains et aux joints triples le comportement de la phase  $\beta$  nouvellement apparue, en l'occurrence  $\beta$  au chauffage (la phase la plus molle). On aura une microstructure composée de grains  $\alpha$  équiaxes et de joints de grains et joints triples  $\beta$  (figure VI-33). Dans ce modèle, on teste les effets de la morphologie, les interfaces restent parfaits mais on les tapisse de phase  $\beta$  pour en faire un milieu « lubrifiant » entre les grains de phase  $\alpha$ . Ce type de modèle est en cours développement au Centre des Matériaux [DIA01, MUS02].

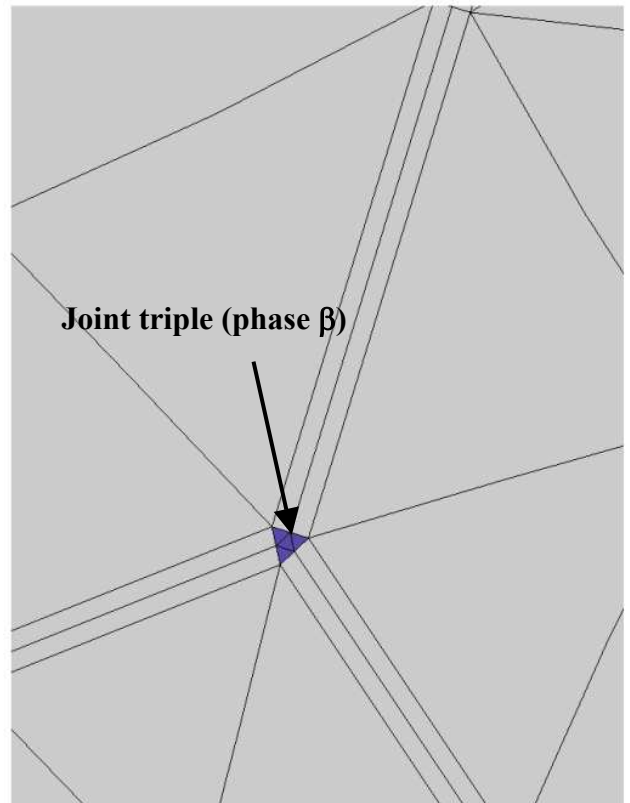
En raison de la complexité de génération de ce genre de microstructure, nous nous sommes contentés d'une microstructure à 95 % $\alpha$  (grains) et 5 % $\beta$  (joints de grains et joints triples) avec deux éléments dans l'épaisseur. Le calcul se fait donc pour une seule température (800 °C).



(a): maillage d'une microstructure à 100 grains.



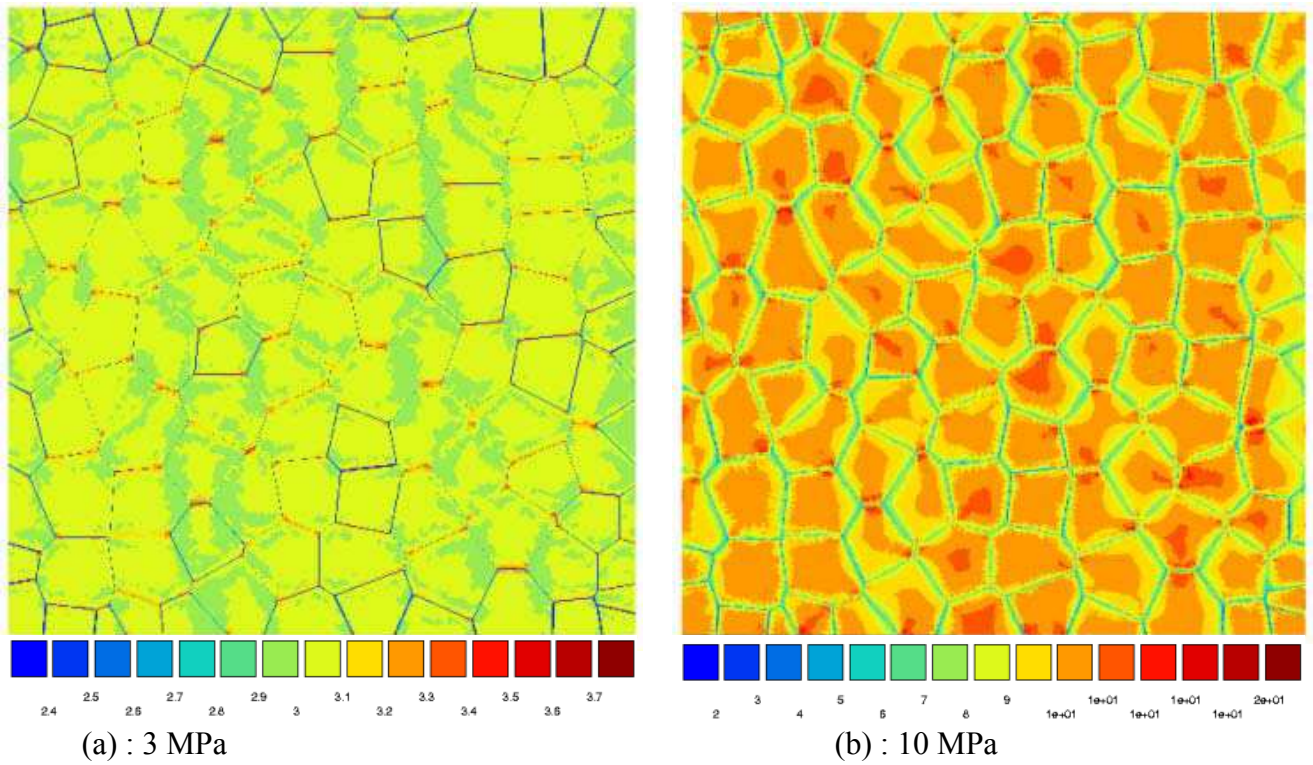
(b) : mise en évidence des joints de grains.



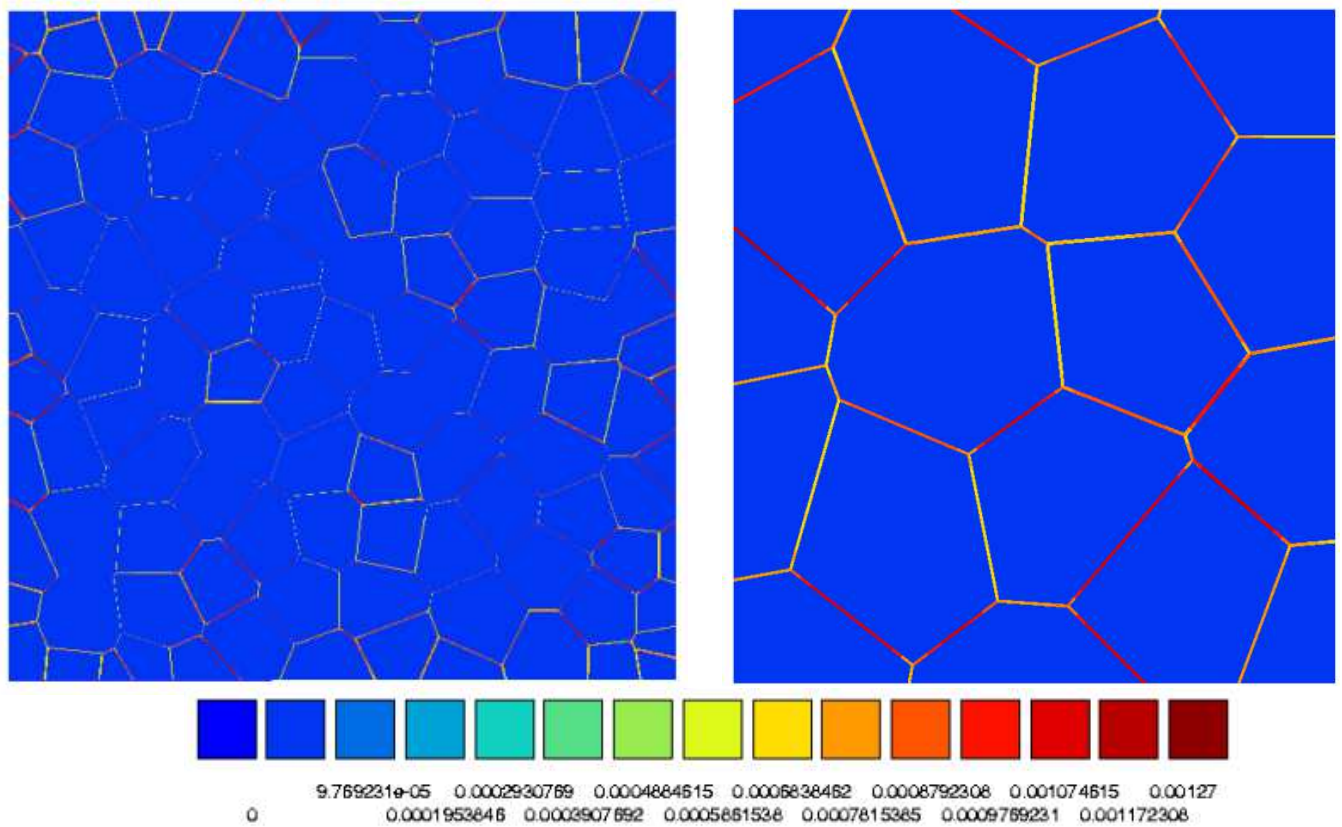
(c) : mise en évidence du point triple.

**Figure VI.33.** Maillage utilisé pour modéliser le comportement en fluage biphasé du matériau.

L'analyse des contraintes équivalentes montre que ces contraintes sont plus localisées dans la phase  $\alpha$  (la phase la plus dure) et dans les joints perpendiculaires à la contrainte appliquée (figures VI-34a et VI-34b). Pour une contrainte macroscopique de 3 MPa, les contraintes locales varient de 2.38 à 3.47 MPa. Pour une contrainte macroscopique de 10 MPa, les contraintes locales varient de 1.16 à 14.85 MPa. Localement, la distribution des contraintes est donc assez différente de la contrainte macroscopique appliquée. L'analyse des déformations équivalentes montre qu'elles sont localisées aux joints de grains c'est à dire la phase  $\beta$  qui est la plus molle (figure VI-35). La microstructure modélisée reproduit bien le comportement des deux phases même si la fraction de la phase  $\beta$  est faible (5 %).

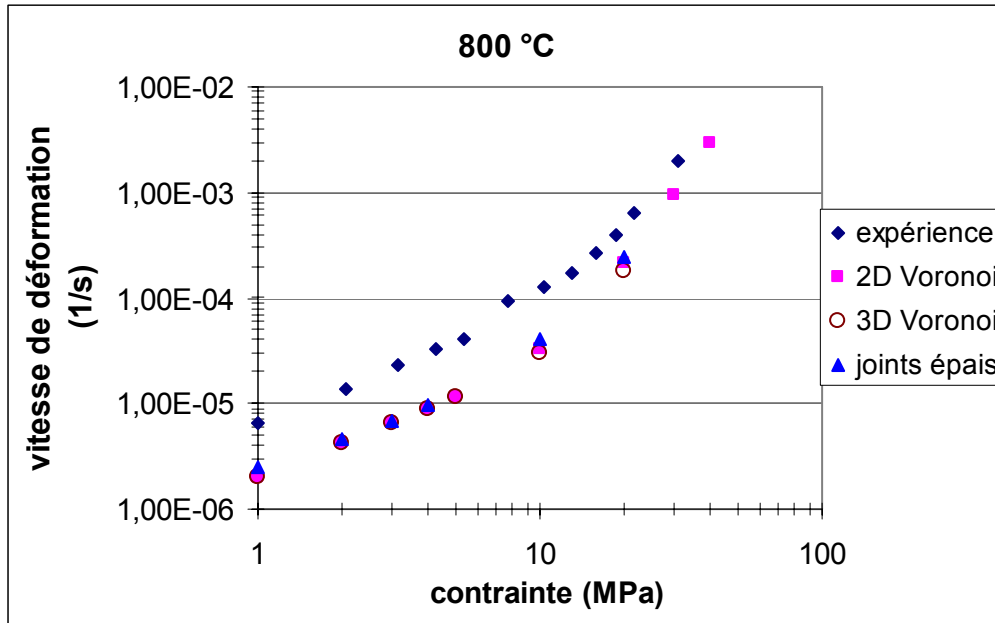


**Figure VI-34.** Contraintes équivalentes à 800 °C (5 %  $\beta$ ).



**Figure VI-35.** Déformations équivalentes à 800 °C (5 %  $\beta$ ) et sous une contrainte macroscopique de 3 MPa.

Les résultats des calculs joints épais à 800 °C (5 %  $\beta$ ) montrent qu'à cette température on sous-estime toujours la vitesse de déformation surtout à faibles contraintes, par rapport à l'expérience. En effet, on trouve les mêmes résultats que ceux obtenus avec les calculs 2D et 3D Voronoï à la même température au chauffage, et un résultat différent de l'expérience (figure VI-36). A cette température, le fait de mettre de la phase  $\beta$  (5 %) entre les grains  $\alpha$  ne modifie pas le comportement du matériau en fluage par rapport à une microstructure générée par les polyèdres de Voronoï. Nous n'avons pas pu vérifier pour des taux de phase  $\beta$  plus élevés en raison de la complexité des maillages joints épais à des fractions plus élevées.



**Figure VI-36.** Comparaison entre les calculs et l'expérience à 800 °C (5 % $\beta$ ).

## Conclusion

Dans ce chapitre on a tenté de modéliser le comportement en fluage dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ) du matériau en utilisant la technique des éléments finis. Les microstructures ont été approchées à l'aide des polyèdres de Voronoï. De plus un calcul joints épais a été réalisé. Lors de ces calculs, on trouve des vitesses de déformation comprises entre celle de  $\alpha$  seule et celle de  $\beta$  seule, soit environ celles correspondant aux microstructures de trempe. La prévision des modèles est différente de l'expérience pour le fluage au chauffage (essentiellement à faibles contraintes). Cette différence est peut être due au fait que les microstructures générées lors de ces calculs ont des interfaces parfaites et qu'on ne prend pas en compte le glissement d'interface qui risque d'être un élément important dans le comportement du matériau.

Si on reprend les hypothèses citées précédemment, on confirme :

- que les résultats du calcul sont bien situés entre les bornes théoriques ;
- qu'il n'y a pas d'effet 3D très marqué sur le comportement en fluage du matériau dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ) ;
- que le fait de se rapprocher des microstructures de refroidissement permet d'avoir un bon accord entre le modèle (au refroidissement) et l'expérience ;

- qu'il n'y a pas d'effet de la présence d'une phase molle (la phase  $\beta$ ) aux joints de grain (sans glissement) sur le comportement en fluage du matériau dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ) ;
- le modèle au chauffage sous-estime l'expérience surtout à faibles contraintes.

La seule hypothèse qu'on n'a pas pu tester et qui est probablement à l'origine de cet écart entre le calcul et l'expérience est le glissement d'interfaces. En effet, plusieurs auteurs [SUE79, KAS85, CHO85] considèrent que le glissement aux joints joue un rôle prédominant dans la déformation superplastique des alliages biphasés.

## **CONCLUSION**



## **Conclusion**

Dans ce mémoire, nous avons étudié le comportement mécanique d'un alliage Zr-1 %NbO ainsi que l'effet du changement de phase et de la microstructure sur ce comportement. L'objectif principal de ce travail consistait à étudier rigoureusement l'interaction changement de phase / comportement mécanique en fluage et son effet sur les propriétés mécaniques et métallurgiques de l'alliage étudié.

Un dispositif expérimental original déjà utilisé dans la thèse de S. Frechinet [FRE01] a été modifié et fiabilisé pour parfaire la qualité des résultats obtenus. Il permet de tester en fluage axial et à haute température des tubes de gainage sous vide secondaire pour s'affranchir de l'effet de l'oxydation. Un suivi électrique permet d'enregistrer in situ l'évolution de la résistivité pendant les essais mécaniques. Les déformations sont mesurées grâce à un extensomètre laser pour éviter tout contact avec l'éprouvette en raison de l'apparition d'une phase molle à haute température.

Nous avons commencé par étudier la transformation de phase dans le Zr-1 %NbO. Cela nous a permis d'explorer les domaines de transformation de l'alliage étudié. La technique de résistivité a été utilisée pour suivre in situ les transformations de phase de l'alliage. La transformation de phase  $\alpha \leftrightarrow \beta$  a également été étudiée par calorimétrie au CEA et par métallographie et analyse d'images. La technique de trempe four coupé ( $\cong 300$  °C/min) a été validée par les observations microstructurales du matériau. En effet, le matériau se trempe bien même à des vitesses de refroidissement inférieures à 300 °C/min. Nous avons montré que la transformation de phase peut être suivie par résistivité. Cette technique a été validée en la comparant aux techniques de calorimétrie et d'analyse d'images et à un calcul thermodynamique à l'équilibre [DUP99]. La dilatométrie est aussi un moyen d'étudier la transformation de phase. Elle révèle l'importance de la cristallographie : l'alliage présente lors du changement de phase une réponse dilatométrique différente en fonction de sa texture cristallographique.

Après l'étude des changements de phase, nous avons étudié le comportement en fluage isotherme du matériau. Nous avons d'abord commencé par étudier son comportement au chauffage dans les domaines monophasés ( $\alpha$  et  $\beta$ ) et biphasé ( $\alpha + \beta$ ) :

- En phase  $\alpha$ , dans le domaine de température compris entre 650 °C et 760 °C, on distingue deux types de loi de fluage de Norton. A faible contrainte ( $\sigma \leq 15$  MPa), l'exposant de la loi de fluage est proche de 1 et l'énergie d'activation voisine de 130 kJ/mol. A plus forte contrainte, l'exposant est proche de 4 et l'énergie d'activation est voisine de 200 kJ/mol.
- En phase  $\beta$ , dans le domaine de température exploré entre 960 °C et 1100 °C, l'exposant de la loi de Norton est proche de 4 et l'énergie d'activation est voisine de 140 kJ/mol. Ces valeurs ont été obtenues pour des vitesses de fluage correspondant à des contraintes appliquées relativement faibles ( $\sigma < 6$  MPa).
- Dans le domaine biphasé, l'exposant de la loi de Norton est proche de 1.5. Dans tout le domaine de contraintes exploré ( $\sigma < 30$  MPa), il n'est pas possible de déterminer une valeur unique de l'énergie d'activation. La vitesse de fluage est accélérée dans le domaine de température où la phase  $\beta$  percole dans la matrice  $\alpha$ .

Nous avons établi des lois de comportement en fluage dans les domaines monophasés ( $\alpha$  et  $\beta$ ). Dans le domaine biphasé, la complexité du comportement mécanique des gaines n'a pas permis d'établir de lois précises. Les résultats obtenus sont rassemblés sous la forme

d'une carte de déformation du type Ashby [KAD04] qui présente les variations de la vitesse de déformation avec la contrainte appliquée et la température. On confirme ainsi que la phase  $\beta$  flue beaucoup plus vite que la phase  $\alpha$ , et que à l'état biphasé ( $\alpha + \beta$ ) l'alliage flue plus vite à faibles contraintes que dans le domaine monophasé  $\beta$ .

L'effet de la microstructure après un passage complet ou partiel par la phase  $\beta$ , sur le comportement en fluage isotherme du matériau en phase  $\alpha$ , et au refroidissement en biphasé ( $\alpha + \beta$ ) a ensuite été étudié.

A 100 % $\beta$ , nous avons constaté que :

- A faibles contraintes, ce traitement semble contribuer à bloquer le fluage diffusion par rapport à l'état initial ou à le repousser vers des vitesses de déformation plus faibles.
- A fortes contraintes, on n'est pas sûr d'avoir un effet du traitement en phase  $\beta$  dans la mesure où les courbes tendent à se croiser.
- La taille des grains  $\alpha$  formés à partir des ex grains  $\beta$  est très différente de celle des grains initiaux équiaxes. La morphologie des phases est également différente. Le traitement en phase  $\beta$  conduit après refroidissement à la formation de colonies de lattes allongées. Ces colonies sont non convexes et non équiaxes.
- Il a été possible de mettre en évidence la présence de  $\beta$  résiduelle sous forme de films riches en Nb à 575 °C et même après fluage en phase  $\alpha$ .
- Le traitement en phase  $\beta$  conduit à une modification des interfaces  $\alpha/\beta$  et  $\alpha/\alpha$  : elles ne sont plus du tout rectilignes. Cette modification risque de changer considérablement le comportement en fluage diffusion.
- Les interfaces  $\alpha/\alpha$  de forte désorientation cristallographique sont certainement moins nombreuses (à cause de la taille élevée des ex grains  $\beta$  et des colonies de lattes  $\alpha$ ) qu'elles ne l'étaient au départ.

La microstructure ayant un fort effet à faibles contraintes, on a pensé à retenir au moins une partie des grains  $\alpha$  équiaxes en tentant un traitement dans le domaine ( $\alpha + \beta$ ) et non plus dans le domaine (100 % $\beta$ ).

Après un traitement à 50 % $\beta$ , le comportement du matériau en fluage en phase  $\alpha$  est proche de celui de l'état initial. En effet les deux microstructures résultantes sont très proches.

Enfin, la température limite de traitement en phase  $\beta$  à partir de laquelle le matériau flue moins vite après retour en phase  $\alpha$  a été déterminée.

Le comportement en conditions anisothermes a été étudié au chauffage et au refroidissement à 10 et 200°C/min pour comprendre l'effet du couplage transformation de phase/chargement mécanique sur le comportement de l'alliage. Ces essais nous ont permis de mettre en évidence un allongement important du matériau lors du chauffage. Cet effet est observé même pour des contraintes appliquées faibles. Nous avons montré qu'il n'y a pas d'évolution de la microstructure entre les essais de fluage et les mêmes essais anisothermes réalisés en l'absence d'une contrainte appliquée, et qu'il n'y a pas d'influence du chargement mécanique sur la cinétique de transformation  $\alpha \rightarrow \beta$ . L'effet de la vitesse de chauffage sur les cinétiques de transformation du matériau a été mis en évidence. Il n'existe pas d'effet d'une (faible) contrainte sur la cinétique de transformation de phase ( $\sigma \leq 5$  MPa). Ces essais nous ont aussi permis de conclure à l'absence de couplage entre transformation de phase et chargement mécanique (faibles contraintes) et de la plasticité de transformation macroscopique, que la transformation soit manifestement



diffusive (au chauffage) ou avec une composante bainitique plus au moins marquée et la présence de variants cristallographiques (au refroidissement).

Un modèle éléments finis utilisant les polyèdres de Voronoï et un maillage de microstructure formée de joints de grains  $\alpha$  « épais » constitués de phase  $\beta$  à été élaboré pour décrire le comportement du matériau en fluage dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ) au chauffage et au refroidissement. Le modèle est en bon accord avec l'expérience au refroidissement et sous-estime les déformations de fluage au chauffage. Cette différence est vraisemblablement liée au fait que, dans le modèle, le glissement aux interfaces n'est pas pris en compte.

A l'issue de ce travail, les perspectives suivantes se dégagent :

D'abord, il serait souhaitable de développer un moyen expérimental qui permette de suivre in situ la déformation du matériau dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ) (prendre le matériau en photo pendant sa déformation) pour peut être mettre en évidence le phénomène de glissement d'interface.

Enfin, essayer de développer un modèle de calcul qui, d'une part, reproduit le plus possible la microstructure de l'alliage dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ) au chauffage pour pouvoir justement bien la décrire, et d'autre part, tenir compte de l'effet de glissement d'interface.

## **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

- [ABR82] J.P. ABRIATA and J.C. BOLCICH, Bulletin of Alloy Phase diagrams, vol. 3(1), 1982, 1711.
- [ACA69] C.R. ACAD, Sc. Paris, t. 269, 1969, 587.
- [AKH76] A. AKHTAR, Journal of Nuclear Materials, vol. 60, 1976, 344.
- [ARI87] D. ARIAS and C. GUERRA, Journal of Nuclear Materials, vol. 144, 1987, 196.
- [ARM77] M. ARMAND, D. CHARQUET, R. SYRE and R. TRICOT, Revue de Métallurgie, 1977, 471.
- [BER67] I.M. BERNSTEIN, Transactions of the Metallurgical Society of AIME, vol. 239, 1967, 1518.
- [BOW51] J.S. BOWLES, J. Metals, vol. 3, 1951, 4
- [BRA98] J.C. BRACHET, J.L. BECHADE, A. CASTAING, L. LE BLANC, and T. JOUEN, Material Science Forum, vol. 273-275, 1998, 529.
- [BUR34] W.G. BURGERS, Physica, 1934 (1), 561.
- [BUS04] J. BUSSAC, R. DAUTRAY, J. HOROWITZ, J. TEILLAC, Encyclopédie Universalis, 2004.
- [CAI94] G. CAILLETAUD and P. PILVIN, Revue Européenne des Eléments Finis, vol. 3, 1994, 515.
- [CAN00] M. CANAY, C.A. DANON, D. ARIAS, Journal of Nuclear Materials, vol. 280, 2000, 365.
- [CHO85] A.H. CHIKSHI and T.G. LANGDON, International Conference on Superplasticity-Grenoble, 1985, 21.
- [CHR02] N. CHRISTODOULOU, P.A. TURNER, C.N. TOME, C.K. CHOW and R.J. KLASSEN, Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 33A, 2002, 1103.
- [CLI64] F.W. CLINARD and O.D. SHERBY, Acta Metallurgica, vol. 12, 1964, 911.
- [COR97] D. CORRIETTE, Etude par calorimétrie, analyse d'images, dilatométrie et résistivité de la transformation de phases  $\alpha \leftrightarrow \beta$  d'alliages base Zr, rapport de stage au CEA/SRMA, 1997.
- [COU69] J.C. COUTERNE and G. CIZERON, Journal of Nuclear Materials, vol. 32, 1969, 310.
- [DEC99] L. DECKER and D. JEULIN, La Revue de Métallurgie, 2000, 271.
- [DEC89] J. DECOURS, CLEFS CEA N° 14, 1989, 17.

- [DEJ61] M. DE JONG and G.W. RATHENAU, *Acta Metallurgica*, vol. 9, 1961, 714.
- [DIA01] O. DIARD, *Un exemple de couplage, comportement-endommagement-environnement, dans les polycristaux. Application à l'interaction pastille-gaine*, Thèse de Doctorat, Ecole des Mines de Paris, 2001.
- [DON85] A.T. DONALDSON and R.C. ECOB, *Scripta Metallurgica*, vol. 19, 1985, 1313.
- [DOU71] D.L. DOUGLASS, *Atomic Energy Reviews*, 1971, 187.
- [DUP99] N. DUPIN, I. ANSARA, C. SERVANT, C. TOFFOLON, C. LEMAIGNAN and J.C. BRACHET, *Journal of Nuclear Materials*, vol. 275, 1999, 287.
- [EFF69] P. VAN EFFENTERRE, G. CIZERON, and P. LACOMBE, *Journal of Nuclear Materials*, vol. 31, 1969, 269.
- [EFF72] P. VAN EFFENTERRE, *Rapport CEA-R-4330*, 1972.
- [FIS00] F.D. FISCHER, G. REISNER, E. WERNER, K. TANAKA, G. CAILLETAUD, T. ANTRETTTER, *International Journal of Plasticity*, vol. 16, 2000, 723.
- [FLE72] P.E.J. FLEWITT, *J. Appl. Cryst.*, vol. 5, 1972, 423.
- [FOR00] S. FOREST, F. BARBE, and G. CAILLETAUD, *International Journal of Solids and Structures*, vol. 37, 2000, 7105.
- [FORG00] T. FORGERON, J.C. BRACHET, F. BARCELO, A. CASTAING, J. HIVROZ, J.P. MARDON and C. BERNAUDAT, *Zirconium in the Nuclear Industry*, ASTM STP 1354, 2000, 256.
- [FRE01] S. FRECHINET, *Transformations et comportements du Zircaloy-4 en conditions an isothermes*, Thèse de Doctorat, Ecole des Mines de Paris, 2001.
- [FRO90] H.J. FROST and R. RAJ, *Material Research Society. Symp. Proc.*, vol. 196, 1990, 21.
- [GAU59] P. GAUNT and J.W. CHRISTIAN, *Acta Metallurgica*, vol. 7, 1959, 534.
- [GAU87] E. GAUTIER, A. SIMON and G. BECK, *Acta Metallurgica*, vol. 35, 1985, 1367.
- [GAU95] E. GAUTIER, J.S. ZHANG and X.M. ZHANG, *Journal de physique IV, Colloque C8*, vol. 5, 1995, 41.
- [GIL69] E.R. GILBERT, S.A. DURAN and A.L. BEMENT, *ASTM STP 458*, 1969, 210.
- [GIN52] A.J.J. VAN GINNEKEN and W.G. BURGERS, *Acta Cryst.*, vol. 5, 1952, 584.
- [GRE65] G.W. GREENWOOD and R.H. JOHNSON, *Proc. Roy. Soc, série A*, vol. 283, 1965, 403.

- [HAMA92] N. HAMATA, *modélisation du couplage entre l'élasto-viscoplasticité anisotherme et la transformation de phase d'une fonte G.S. ferritique*, Thèse de Doctorat, Université Paris 6, 1992.
- [HAM92] A.M. HAMMAD, S.M. EL MASHRI and M.A. NASR, *Journal of Nuclear Materials*, vol. 186, 1992, 166.
- [HAY02] T.A. HAYES, M.E. KASSNER and R.S. ROSEN, *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 33A, 2002, 337.
- [HIG66] G.T. HIGGINS and E.E. BANKS, *Electrochemical technology*, vol. 4, 1966, 341.
- [HOL77] K. HOLM, J.D. EMBURY and G.R. PURDY, *Acta Metallurgica*, vol. 25, 1977, 1191.
- [HOL70] R.A. HOLT, *Journal of Nuclear Materials*, vol. 35, 1970, 322.
- [HUN70] C.E.L. HUNT and P. NIESSEN, *Journal of Nuclear Materials*, vol. 35, 1970, 134.
- [HUN71] C.E.L. HUNT and P. NIESSEN, *Journal of Nuclear Materials*, vol. 38, 1971, 17.
- [IWA04] T. IWAMOTO, *International Journal of Plasticity*, vol. 20, 2004, 841.
- [JAG98] G. JAGO, J.C. BRACHET, O. AST, J.L. BECHADE and C. BATAILLON, *Brevet Français n° 98 08146*, 1998.
- [JOU97] T. JOUEN, *Etude métallurgique d'alliages base Zr*, rapport de stage au CEA/SRMA, 1997.
- [KAD04] D. KADDOUR, S. FRECHINET, A.F. GOURGUES, J.C. BRACHET, L. PORTIER and A. PINEAU, *Scripta Materialia*, vol. 51, 2004, 515.
- [KAS85] B.P. KASHYAP and A.K. MUKHERJEE, *International Conference on Superplasticity-Grenoble*, 1985, 4.1.
- [KNA60] A.G. KNAPTON, *J. Less Common Metals*, vol. 2, 1960, 113.
- [LAN59] J.P. LANGERON and P. LEHR, *Mémoires Scientifiques Rev. Metallurg*, LVI, N°3, 1959, 307.
- [LEB96] L. LE BLANC, *Etude par calorimétrie, dilatométrie et analyse d'images de la transformation de phases  $\alpha \leftrightarrow \beta$  d'alliages Zr/0.8-1.2 %Nb*, rapport de stage CEA / SRMA Saclay, 1996.
- [LEB89a] J.B. LEBLOND, *International Journal of Plasticity*, vol. 3, 1989, 573.
- [LEB89b] J.B. LEBLOND, J. DEVAUX, *International Journal of Plasticity*, vol. 5, 1989, 551.

- [LEL98] G. LELIEVRE, *Etude du rôle des précipités intermétalliques dans l'absorption d'hydrogène lors de la corrosion aqueuse d'alliages de zirconium*, Thèse de doctorat, Université Joseph Fourier - Grenoble I, 1998.
- [LEM94] C. LEMAIGNAN and A.T. MOTTA, *Zirconium Alloys in Nuclear Industry*, Chapter 7 from *Nuclear Materials, Part 2*, ed. B.R.T. Frost, vol. 10B of *Materials Science and Technology*, a comprehensive Treatment, ed. R.W. Cahn, P. Haasen and E.J. Kramer, 1994.
- [LER88] D. LERICHE, E. GAUTIER and A. SIMON, Sixth World Conference on Titanium, Cannes, France, 1988.
- [MAG66] C.L. MAGEE, Ph D Thesis, Carnegie Mellon University, 1966.
- [MAL82] G. MALAKONDAIAH, N. PRASAD and P.R. RAO, *Scripta Metallurgica*, vol. 16, 1982, 421.
- [MIQ82] A. MIQUET and D. CHARQUET, *Journal of Nuclear Materials*, vol. 105, 1982, 132.
- [MUS02] A. MUSIENKO, G. CAILLETAUD and O. DIARD, *Damage, opening and sliding of grain boundaries*, IUTAM Conference, Marrakech (Maroc) 2002.
- [MUR95] K.L. MURTY, J.R. WIRATMO, *Nuclear Engineering and Design*, vol. 156, 1995, 359.
- [NAK81] K. NAKAI, C. KINOSHITA and S. KITAJIMA, *Journal of Nuclear Materials*, vol. 98, 1981, 131.
- [PAH73] M. PAHUTOVA and J. CADEK, *Materials Science and Engineering*, vol. 11, 1973, 151.
- [PAH75] M. PAHUTOVA, T. HOSTINSKY and J. CADEK, *Kovove Materialy*, vol. 13, 1975, 390.
- [PAH76] M. PAHUTOVA, V. CERNY and J. CADEK, *Kovove Materialy*, vol. 14, 1976, 252.
- [PAR69] P.G. PARTRIDGE, *Metallurgical Reviews*, vol. 12, 1967, pp. 169-194.
- [POR59] L.F. PORTER and P.C. ROSENTHAL, *Acta Metallurgica*, vol. 7, 1959, 504.
- [PRA89] N. PRASAD, G. MALAKONDAIAH and P.R. RAO, *Transactions of the Indian Insitute of Metals*, vol. 42, 1989, 165.
- [ROS79] H.E. ROSINGER, P.C. BERA and W.R. CLENDENING, *Journal of Nuclear Materials*, vol. 82, 1979, 286.
- [SAR82] P.M. SARGENT and M.F. ASHBY, *Scripta Metallurgica*, vol. 16, 1982, 1415.

- [SHE84] R.S.W. SHEWFELT, L.W. LYALL and D.P. GODIN, Journal of Nuclear Materials, vol. 125, 1984, 228.
- [SHE85] R.S.W. SHEWFELT and L.W. LYALL, Journal of Nuclear Materials, vol. 132, 1985, 41.
- [SIN01] R.N. SINGH, R. KISHORE, A.K. SINGH, T.K. SINHA and B.P. KASHYAP, Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 32A, 2001, 2827.
- [STE92] M. STEPHAN, E. ADAM and L. WETZEL, Kerntechnik, vol. 57, 1992, 129.
- [SUE79] M. SUERY and B. BAUDELET, Philosophical Magazine A, vol. 41, 1979, 41.
- [TER97] T. TERAJ, Y. TAKAHASHI, S. MASUMURA and T. YONEOKA, Journal of Nuclear Materials, vol. 247, 1997, pp. 222-226.
- [THO78] W.R. THORPE and I.O. SMITH, Journal of Nuclear Materials, vol. 75, 1978, 209.
- [TOF00] C. TOFFOLON, *Etude métallurgique et calculs des diagrammes de phases des alliages base zirconium du système : Zr-Nb-Fe-(O,Sn)*, Thèse de doctorat, Université Paris 6, 2000.
- [TOM00] Y. TOMITA and Y. SHIBUTANI, International Journal of Plasticity, vol. 16, 2000, 769.
- [TRI94] R. TRICOT, Techniques de l'Ingénieur M 2360, 1994.
- [WAD02] J. WADSWORTH, O.A. RUANO and O.D. SHERBY, Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 33A, 2002, 219.
- [WIN66] J. WINTON and R.A. MURGATROYD, Electrochemical Technology, vol. 4, 1966, 358.
- [ZHU91] Y.T. ZHU and J.H. DELVETIAN, Metallurgical Transactions A, vol. 22A, 1991, 1993.
- [ZWI98] P. ZWIGL and D. DUNAND, Metallurgical and Transactions A, vol. 29A, 1998, 2571.

**ANNEXE 1**

**INCERTITUDE SUR LES MESURES  
EXPERIMENTALES**



## **Annexe 1. Incertitude sur les mesures expérimentales**

Cette annexe propose une estimation des incertitudes sur les valeurs mesurées expérimentalement et sur les valeurs déduites par calcul des relevés expérimentaux.

- **Incertitude sur les grandeurs mesurées**

Le tableau A1-1 récapitule les incertitudes sur les grandeurs mesurées. Ces grandeurs sont enregistrées par un ordinateur d'acquisition qui introduit une incertitude sur toutes les mesures de  $\pm 0.1\%$  qu'il faut ajouter aux incertitudes expérimentales.

La longueur de l'éprouvette est mesurée par le laser. Les longueurs mesurées se situent entre 25 et 30 mm. D'après le tableau A1-1 l'incertitude sur les longueurs mesurées est :

$$\Delta L = \underbrace{4 + 5 + 0.6}_{\text{laser}} + \underbrace{30 \cdot 10^3 \cdot 0.1\%}_{\text{ordinateur}} = \pm 39.6 \mu\text{m. soit } \Delta L/L \approx 0.15 \%$$

Un capteur de force associé à un système d'amplification permet de mesurer la force. L'incertitude totale est  $\Delta F = \pm 0.3 \%$  de la pleine échelle du capteur. Un capteur d'une capacité de 200 daN a été utilisé. L'incertitude sur la cellule de 200 daN est de :  $\Delta F = 0.6$  daN soit 0.375 MPa.

Le suivi électrique consiste en la mesure du potentiel entre deux points de mesure de la zone utile de l'éprouvette qui est traversée par un courant continu. L'incertitude donnée pour cette mesure de potentiel correspond au bruit enregistré. Nous pensons que les autres sources d'incertitudes (dérive, acquisition par ordinateur...) sont négligeables devant celle-ci. L'incertitude sur la tension mesurée est  $\Delta U = \pm 3$  mV. En ce qui concerne la température, il a été vérifié que le gradient thermique dans la zone utile de l'éprouvette ne dépasse pas  $5^\circ\text{C}$ . L'incertitude correspondante est  $\Delta T = \pm 2.5^\circ\text{C}$ .

Le temps est mesuré pendant les essais mécaniques par l'horloge interne de l'ordinateur d'acquisition. L'incertitude sur le temps est considérée comme négligeable devant celle des autres grandeurs.

Enfin, les dimensions des éprouvettes interviennent dans le traitement des données. Le constructeur des gaines de combustibles certifie les diamètres intérieurs et extérieurs à  $\pm 0.04$  mm. La section de l'éprouvette est donc entachée d'une incertitude :  $\Delta S/S = \pm 1.8 \%$ .

- **Calcul des déformations mesurées par extensomètre laser**

L'extensomètre laser fournit une mesure de la longueur de la zone utile de l'éprouvette à partir de laquelle la déformation vraie est calculée :  $\varepsilon_v = \ln(1 + \frac{\Delta L}{L_0})$  avec  $L_0$  la longueur

initiale. Cela conduit à  $\Delta \varepsilon = \frac{\Delta L}{L} + \frac{\Delta L}{L_0}$  c'est à dire que  $\Delta \varepsilon < 2 \frac{\Delta L}{L_0}$ , soit  $\Delta \varepsilon = 0.31 \%$ .

- **Calcul des contraintes vraies**

On a :  $\sigma_v = \frac{FL}{S_0 L_0}$  avec  $S_0$  la section initiale de la gaine ( $S_0 \approx 16 \text{ mm}^2$ ). On a donc :

$$\frac{\Delta\sigma}{\sigma} = \frac{\Delta F}{F} + 2 \frac{\Delta L}{L_0} + \frac{\Delta S_0}{S_0}.$$

Pour la cellule de capacité 200 daN, les efforts maximaux mesurés sont de l'ordre de 115 daN. Cela correspond à une contrainte vraie calculée de 70 MPa. L'incertitude sur la contrainte est :  $\Delta\sigma/\sigma = \pm 0.56 \%$ .

- **Calcul de la vitesse de déformation**

La vitesse de déformation est calculée à partir de la relation suivante :  $\dot{\varepsilon} = \frac{\varepsilon_2 - \varepsilon_1}{t_2 - t_1}$  d'où

$$\frac{\Delta\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}} = \frac{2\Delta\varepsilon}{\varepsilon}. \text{ L'utilisation des mesures par extensomètre laser conduit à } \frac{\Delta\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}} = \frac{0.62\%}{2\%} = 31\%.$$

Tableau A1-1. Incertitudes sur les grandeurs mesurées		
Grandeurs mesurées	Incertitudes	
Laser	Résolution	1 $\mu\text{m}$
	Linéarité	$\pm 4 \mu\text{m}$
	Erreurs de positionnement	$\pm 5 \mu\text{m}$
	Répétabilité	$\pm 0.6 \mu\text{m}$
Force	Capteur	$\pm 0.2 \%$ de la pleine échelle
	Amplification	$\pm 0.1 \%$
Suivi électrique	$\pm 3 \text{ mV}$	
Température	$\pm 2.5^\circ\text{C}$	
Dimension des échantillons	Diamètre intérieur	8.36 $\pm 0.04 \text{ mm}$
	Diamètre extérieur	9.50 $\pm 0.04 \text{ mm}$
	Section	15.99 $\pm 0.29 \text{ mm}^2$

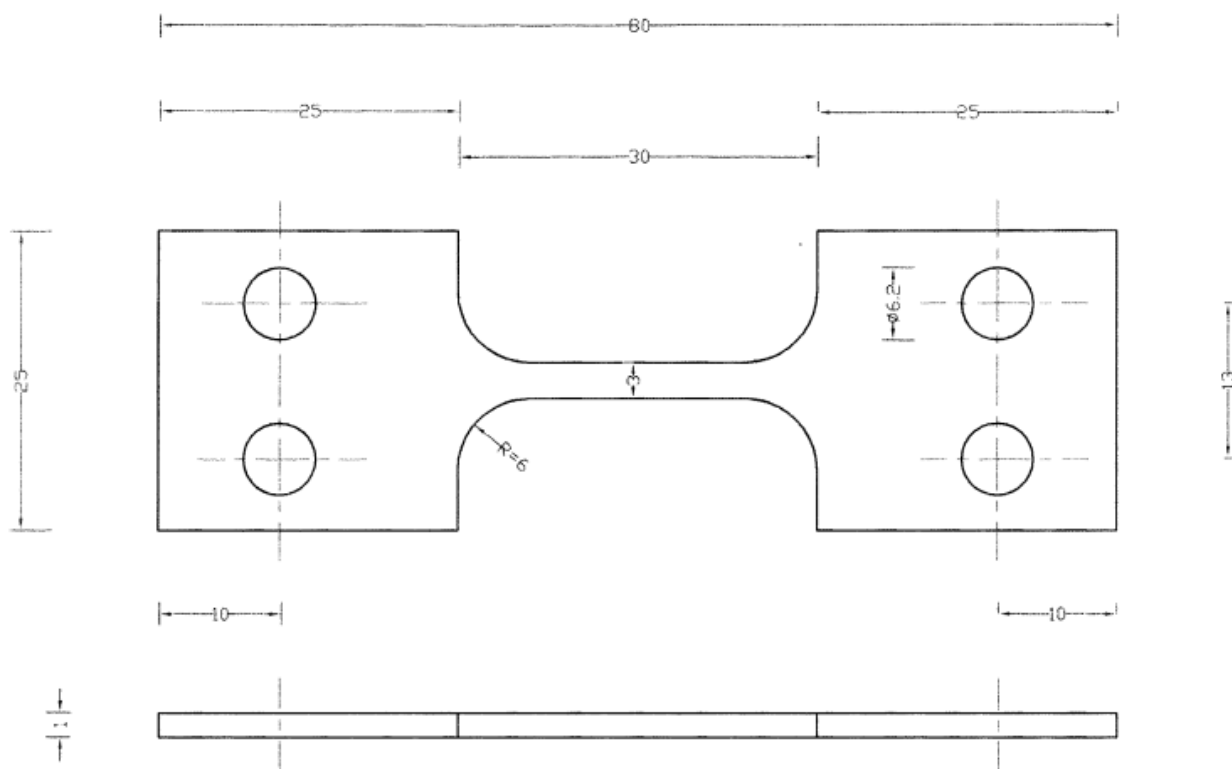
**ANNEXE 2**

**EFFET DE LA TEXTURE SUR LE COMPORTEMENT  
EN FLUAGE  $\alpha$  DU MATERIAU**

## **Annexe 2 : effet de la texture sur le comportement en fluage $\alpha$ du matériau : comparaison entre les résultats de la tôle et de tube**

### **I Etude métallographique et analyse de la texture de la tôle**

Le choix de la tôle pour étudier l'effet de la texture se justifie par la géométrie de cette dernière (figure A2-1) nous permettant de faire des prélèvements selon plusieurs axes.

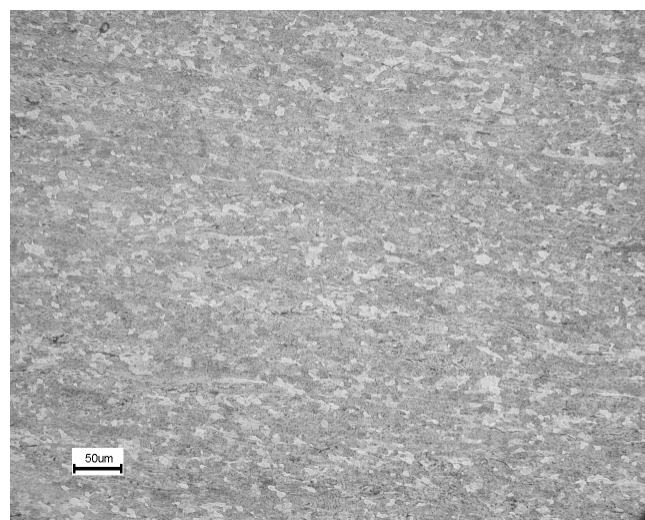
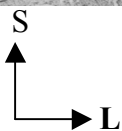


**Figure A2-1.** Géométrie des tôles utilisées pour les essais de fluage.

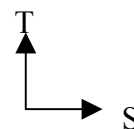
La microstructure à l'état de livraison de la tôle est illustrée sur la figure A2-2. C'est une microstructure détendue partiellement recristallisée formée de grains  $\alpha$  avec du  $\beta$  résiduel. Cependant, et pour partir d'une microstructure similaire au tube (microstructure recristallisée), nous avons été amenés à faire un traitement de recristallisation à 700 °C pendant 1h sous vide secondaire (figure A2-3). Ce traitement nous a permis d'obtenir des grains  $\alpha$  équiaxes de l'ordre de 5  $\mu\text{m}$ . A noter qu'un traitement à 550 °C pendant 14h n'avait pas permis de faire recristalliser cette tôle.



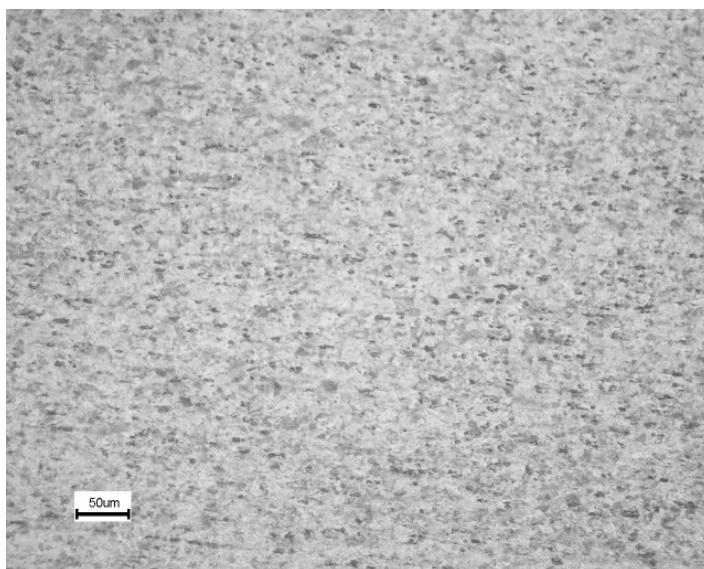
(a) : sens longitudinal



(b) : sens transversal



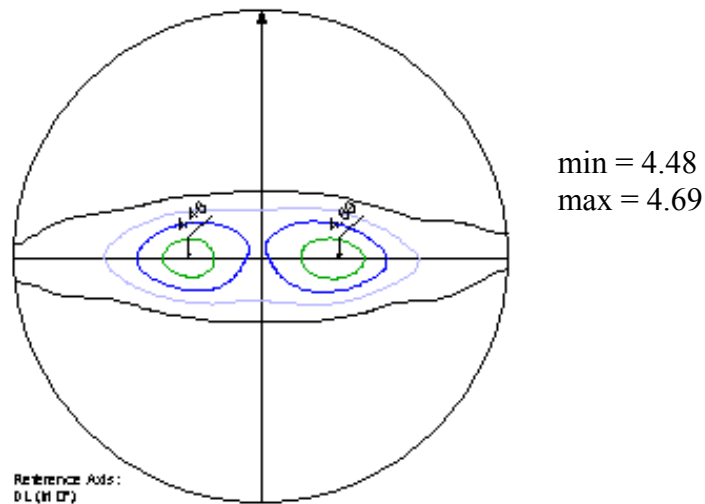
**Figure A2-2.** Microstructure de la tôle à l'état de livraison (attaque 1).



**Figure A2-3.** Microstructure de la tôle après un traitement de recristallisation à 700 °C pendant 1h (sens longitudinal) (attaque 1).

La texture de la tôle à l'état de livraison (figure A2-4) est celle d'une tôle laminée suivant DL, avec majoritairement les axes  $\langle c \rangle$  étalés dans le plan (DN-DT) où 2 maxima se situent entre 30 et 35° de part et d'autre de DN. Les directions [11.0] et d'avantage [10.0] sont majoritairement orientées suivant DL. Les coupes de l'espace d'Euler confirment que les [10.0] sont plus importantes suivant DL que les [11.0] : la texture est plutôt celle d'une tôle détendue que recristallisée.

La texture de la tôle après recristallisation indique une orientation des axes  $\langle c \rangle$  dans le plan (DN-DT) de la tôle avec des maxima entre 30 et 33° de DN. D'autre part les maxima des plans (10.0) (densité  $\sim 2,9$ ) et (11.0) (densité  $\sim 2,8$ ) sont orientés vers DL. Ces



orientations traduisent une amélioration vers la recristallisation du matériau qui n'est pas encore comparable à celle de la gaine Zr-1%NbO.

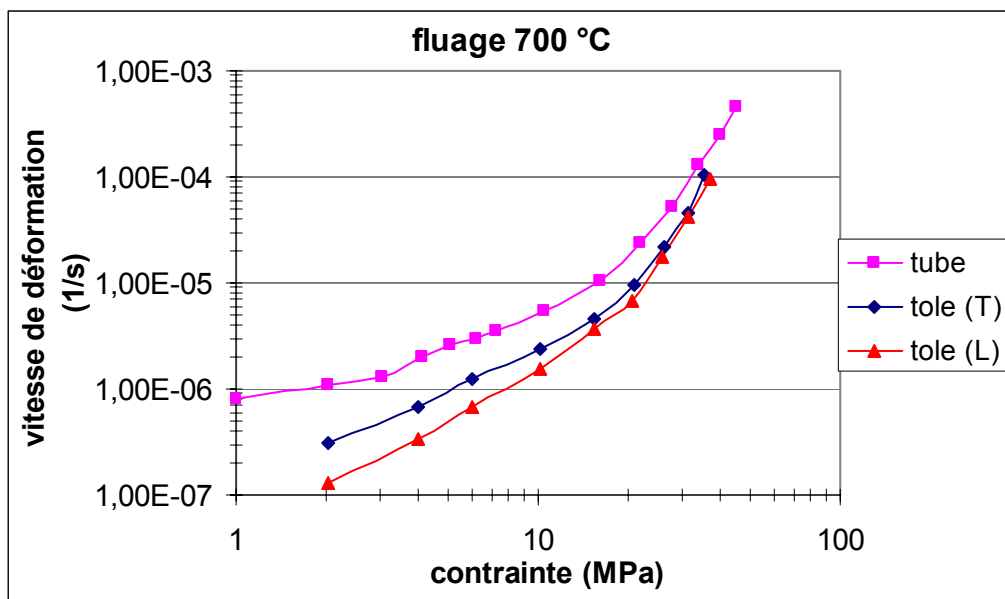
**Figure A2-4.** Texture de la tôle à l'état de livraison.

## II Comportement en fluage de la tôle

### II.1 Comportement en fluage en phase $\alpha$ au chauffage

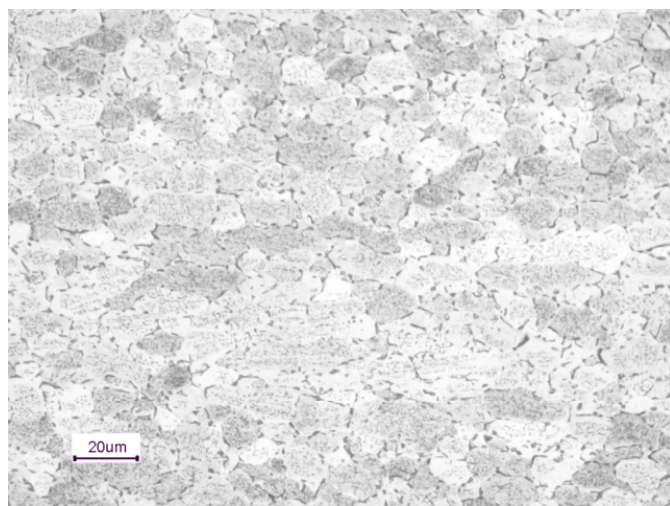
Les essais de fluage en phase  $\alpha$  de la tôle ont été réalisés à 700 °C et dans les deux sens de prélèvement (longitudinal et transversal). Les résultats ont été comparés à ceux du tube pour mettre en évidence l'effet de la texture s'il existe.

La figure A2-5 regroupe les résultats de fluage en phase  $\alpha$  (700 °C) au chauffage de la tôle (selon les deux prélèvements) et de tube.

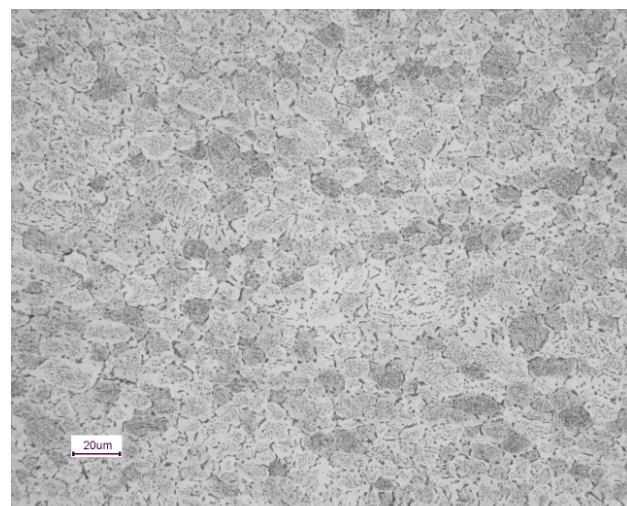


**Figure A2-5.** Comportement en fluage à 700 °C de la tôle et du tube.

On constate que la tôle flue un peu moins vite (facteur 2) à faibles contraintes dans la direction longitudinale (direction de laminage) que dans la direction transversale. Le tube lui flue plus vite à faibles contraintes que la tôle dans les deux sens de prélèvement (facteur 8.5 par rapport à la direction longitudinale de la tôle et 3.5 par rapport à la direction transversale). Ce comportement en fluage  $\alpha$  proche entre le tube, la tôle dans la direction longitudinale, et la tôle dans la direction transversale se traduit par des microstructures similaires (figures A2-6 et A2-7).



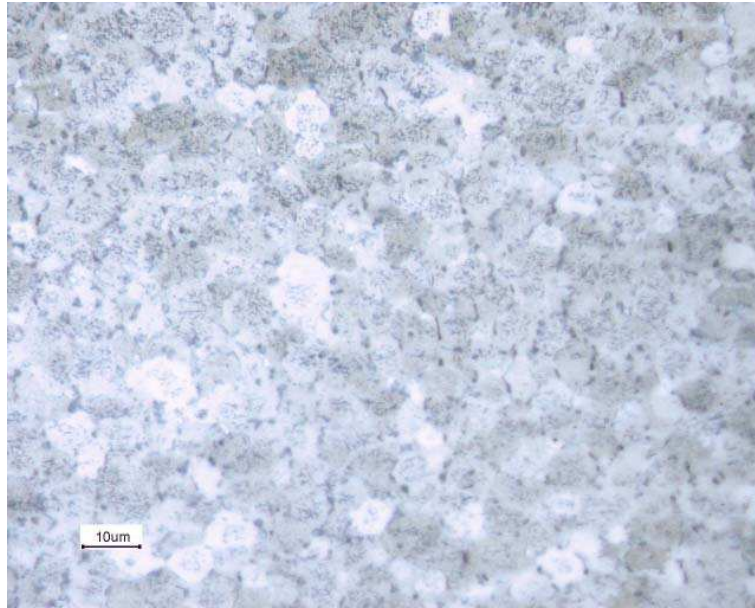
(a) : direction longitudinale (attaque 1).



(b) : direction transversale (attaque 1).

**Figure A2-6.** Micrographie des tôles après essais de fluage à 700 °C.





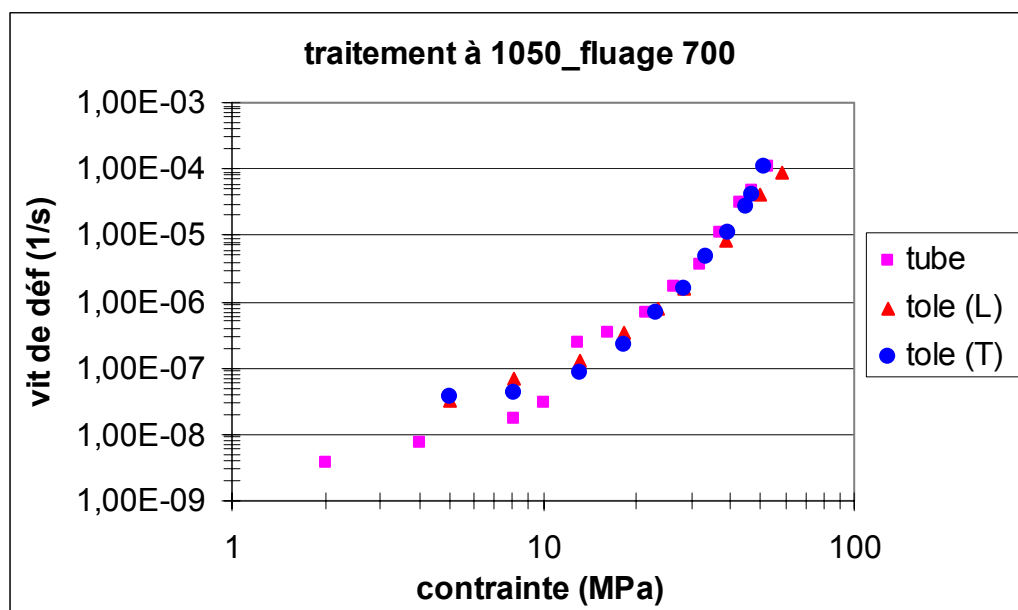
**Figure A2-7.** Micrographie du tube après essais de fluage à 700 °C (attaque 1).

## II.2 Comportement en fluage $\alpha$ après traitement en phase $\beta$ (à 1050 °C, 100 % $\beta$ )

Le but de ces essais est d'étudier l'effet de la texture sur le comportement en fluage du matériau en phase  $\alpha$  après passage en phase  $\beta$ .

Cette fois ci on fait fluier la tôle en phase  $\alpha$  à 700 °C mais après un traitement à 100 % $\beta$  à 1050 °C (chapitre IV, section IV.4.1). Les résultats sont ensuite comparés à ceux du tube.

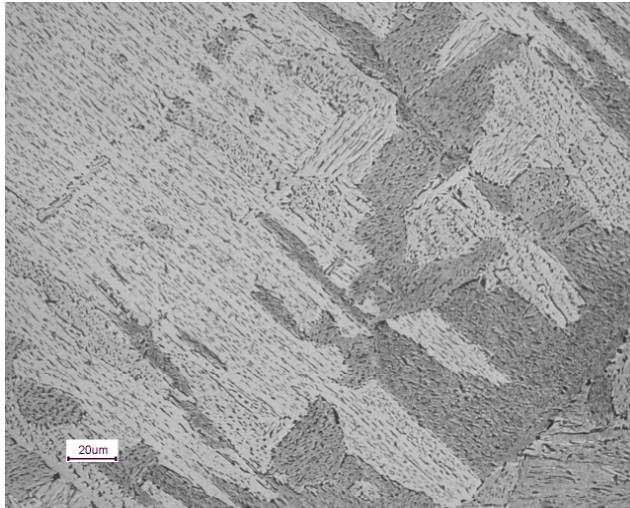
La figure A2-8 regroupe les résultats de fluage en phase  $\alpha$  (700 °C) après un traitement à 100 % $\beta$  de la tôle (selon les deux prélèvements) et du tube.



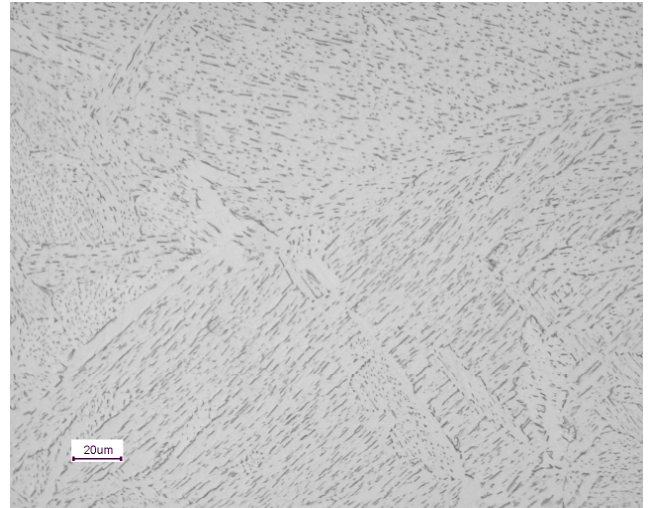
**Figure A2-8.** Comportement en fluage à 700 °C après traitement en phase  $\beta$  de la tôle et du tube.



On constate qu'après traitement à 100 % $\beta$ , le tube et la tôle (dans les deux directions de prélèvement) ont un comportement similaire en fluage en phase  $\alpha$ . Les microstructures résultantes sont très proches les unes des autres (figures A2-9 et A2-10).

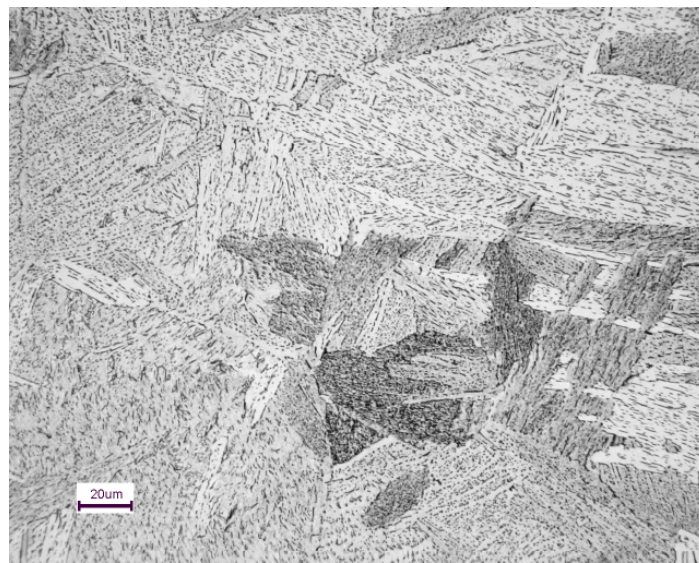


(a) : direction longitudinale



(b) : direction transversale

**Figure A2-9.** Micrographie des tôles lors d'un essai de fluage à 700 °C après traitement thermique à 1050 °C.



**Figure A2-10.** Micrographie de tube lors d'un essai de fluage à 700 °C après traitement thermique à 1050 °C.

## Conclusions

- La texture après recristallisation est pratiquement la même que celle de l'état de départ et permet des prélèvements faisant varier l'orientation de l'axe de traction dans le repère du cristal.
- Vu les résultats de fluage obtenus en phase  $\alpha$  au chauffage et après traitement thermique en phase  $\beta$ , on peut dire qu'il y a peu d'effet de texture sur le comportement

mécanique en fluage  $\alpha$  au chauffage et pas d'effet après traitement en phase  $\beta$ . Ce sont donc plutôt les changements microstructuraux qui gouvernent le comportement en fluage du matériau étudié et non la texture (la direction de prélèvement).

**ANNEXE 3**

**COMPARAISON ENTRE LE Zr-1%NbO ET LE  
Zy-4**

### **Annexe 3. Comparaison entre le Zr-1%NbO et le Zy-4 (sous vide secondaire)**

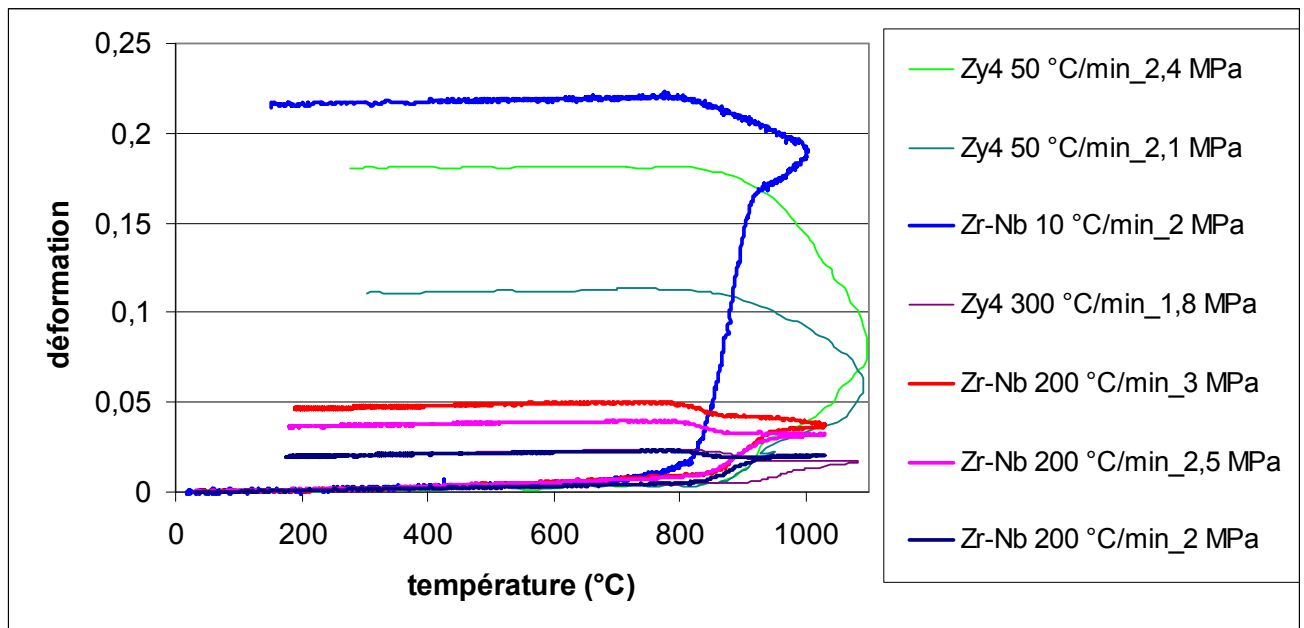
Cette annexe est consacrée à la comparaison entre le Zr- 1%NbO (alliage utilisé pour cette étude) et le Zy-4 (alliage utilisé dans la thèse de Stéphane Fréchet [FRE01]), au niveau comportement dilatométrique et comportement en fluage.

#### **I Comportement dilatométrique**

La figure A3-1 regroupe le comportement dilatométrique du Zr-1%NbO et du Zy-4 pour différentes vitesses de chauffage et de refroidissement.

Dans le cas du Zr-1%NbO, Les deux courbes de dilatométrie à 200°C/min et à 10 °C/min présentent un aspect similaire. Néanmoins, l'extension provoquée par la transformation de phase au chauffage à 10 °C/min est plus importante que celle à 200 °C/min, alors qu'au refroidissement, le comportement à 200°C/min est identique à celui à 10°C/min. Il semble donc que la vitesse de chauffage ait une influence sur le comportement dilatométrique durant le changement de phase  $\alpha \rightarrow \beta$  et que la vitesse de refroidissement n'ait pas ou peu d'influence sur ce comportement dilatométrique durant la transformation de phase  $\beta \rightarrow \alpha$ . En effet, le matériau se déforme beaucoup plus au chauffage qu'au refroidissement. Ce phénomène est dû à l'effet de la microstructure qui est très différente dans le domaine biphasé entre l'état de départ et après passage par la phase  $\beta$ . Il est entièrement attribué au fluage (chapitre IV).

Dans le cas du Zy-4, le comportement dilatométrique est symétrique c'est-à-dire que le matériau se déforme de la même manière au chauffage et au refroidissement pour la même contrainte et la même vitesse de chauffage et de refroidissement. Ce comportement dilatométrique symétrique est dû au fait que le Zy-4 est un alliage peu trempable ce qui conduit à des microstructures similaires au chauffage et au refroidissement et donc à des comportements dilatométriques similaires.



**Figure A3-1.** Comparaison du comportement dilatométrique entre le Zr-1%NbO et le Zy-4 pour différentes vitesses de chauffage et de refroidissement.

## II Comportement en fluage isotherme sous vide secondaire

Nous avons comparé le comportement en fluage des deux alliages en phase  $\alpha$  et en phase  $\beta$ . En phase  $\alpha$ , le Zr-1%NbO flue plus vite que le Zy-4 surtout à faibles contraintes (figure A3-2) (facteur 10 à faibles contraintes). Cet écart est probablement dû au fait qu' à 700 °C, dans le cas de l'alliage Zr-1 %NbO, il y a présence d'un peu de phase  $\beta$  qui confère à cet alliage une vitesse de déformation plus importante que celle du Zy-4.

En phase  $\beta$ , c'est le Zy-4 qui flue plus vite que le Zr-1%NbO (facteur 5 à faibles contraintes) (figure A3-3). En effet on pense que la phase  $\beta$  est durcie par la présence du Nb, ce qui permet au Zr-1 % NbO de fluer moins vite en phase  $\beta$  que le Zy-4.

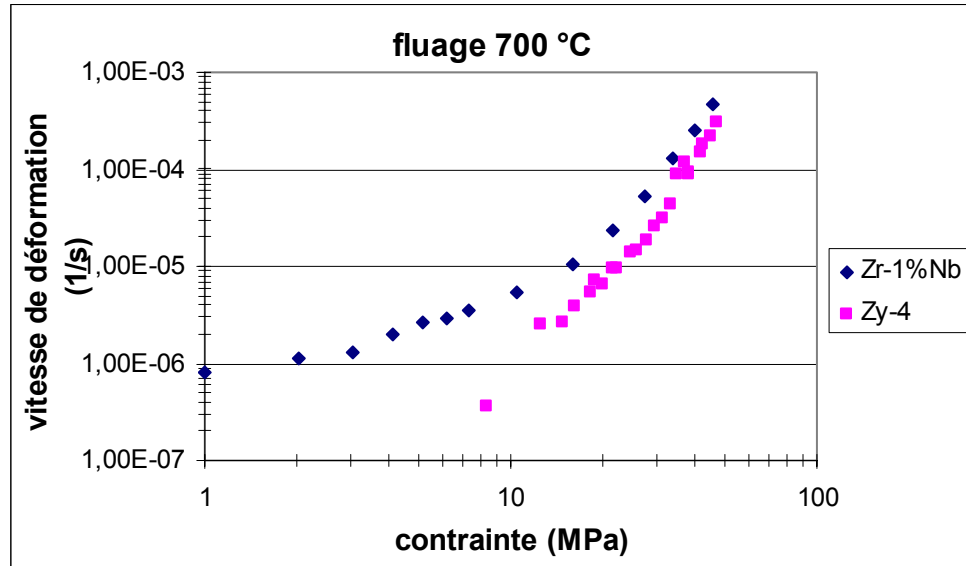


Figure A3-2. Comportement des deux alliages en fluage en phase  $\alpha$ .

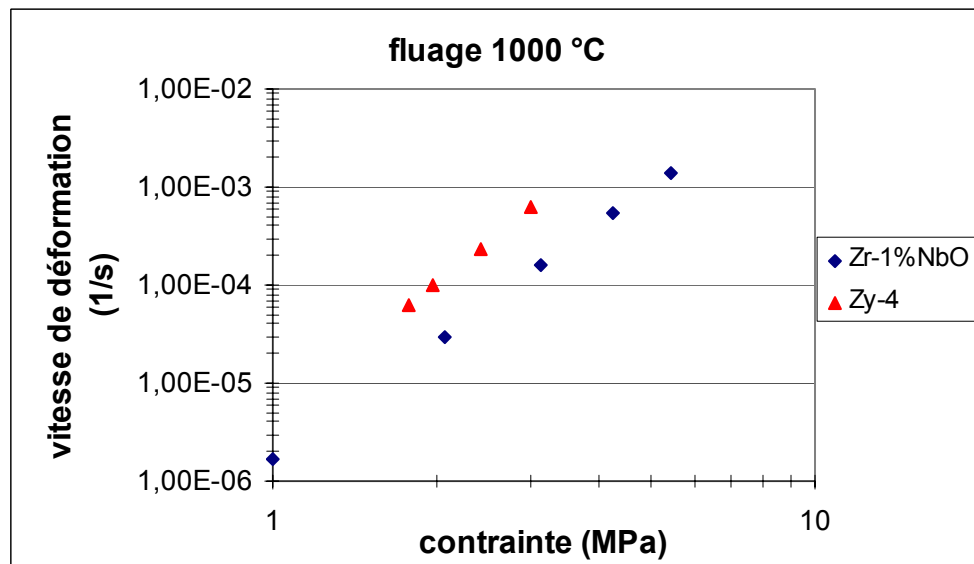


Figure A3-3. Comportement des deux alliages en fluage en phase  $\beta$ .